

EXPRESS MAIL NO. EV 327 133 689 US

DATE OF DEPOSIT 9/10/03

Our File No. 9281-4620
Client Reference No. N US02099

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:)
Mitsuo Kawasaki et al.)
Serial No. To Be Assigned)
Filing Date: Herewith)
For: Magnetic Film and Thin Film Magnetic)
Head Using This Magnetic Film)

SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

Mail Stop Patent Application
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Dear Sir:

Transmitted herewith are certified copies of priority documents Japanese
Patent Application Nos. 2002-266305, filed September 12, 2002, and 2003-133447,
filed May 12, 2003 for the above-named U.S. application.

Respectfully submitted,



Gustavo Siller, Jr.
Registration No. 32,305
Attorney for Applicants

BRINKS HOFER GILSON & LIONE
P.O. BOX 10395
CHICAGO, ILLINOIS 60610
(312) 321-4200

日本特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application: 2002年 9月12日

出願番号

Application Number: 特願2002-266305

[ST.10/C]:

[JP2002-266305]

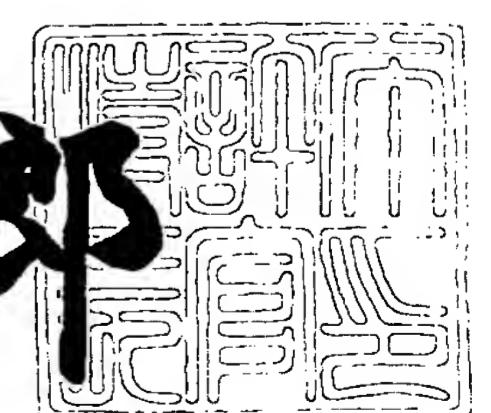
出願人

Applicant(s): アルプラス電気株式会社

2003年 3月24日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3019668

【書類名】 特許願

【整理番号】 021206AL

【提出日】 平成14年 9月12日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01F 10/14
G11B 5/31

【発明の名称】 軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法

【請求項の数】 10

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社内

【氏名】 川崎 光雄

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社内

【氏名】 矢澤 久幸

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社内

【氏名】 金田 吉弘

【特許出願人】

【識別番号】 000010098

【氏名又は名称】 アルプス電気株式会社

【代表者】 片岡 政隆

【代理人】

【識別番号】 100085453

【弁理士】

【氏名又は名称】 野▲崎▼ 照夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100121049

【弁理士】

【氏名又は名称】 三輪 正義

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 041070

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 C_oとFeの元素から成るメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されていることを特徴とする軟磁性膜。

【請求項2】 複数の前記柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して並んで形成される請求項1記載の軟磁性膜。

【請求項3】 前記軟磁性膜の平均結晶粒径は、200Å以下である請求項1または2に記載の軟磁性膜。

【請求項4】 前記軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さRaは、2.5Å以下である請求項1ないし3のいずれかに記載の軟磁性膜。

【請求項5】 下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部は、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで構成され、あるいは前記磁極部は、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで構成され、

前記上部磁極層及び／または下部磁極層は、請求項1ないし4のいずれかに記載された軟磁性膜により形成されていることを特徴とする薄膜磁気ヘッド。

【請求項6】 メッキ浴中に、FeイオンとCoイオンを含み、さらにマロン酸を添加して、CoとFeの元素から成り且つ膜厚方向に延びる柱状晶を有する軟磁性膜をメッキ形成することを特徴とする軟磁性膜の製造方法。

【請求項7】 パルス電流を用いた電気メッキ法により、前記軟磁性膜をメッキ形成する請求項6記載の軟磁性膜の製造方法。

【請求項8】 前記マロン酸をメッキ浴中に、0.03g／l以上で0.25g／l以下の範囲内で添加する請求項6または7に記載の軟磁性膜の製造方法。

【請求項9】 前記マロン酸をメッキ浴中に、0.03g／l以上で0.05g／l以下の範囲内で添加する請求項6または7に記載の軟磁性膜の製造方法。

【請求項10】 下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部を、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで形成し、あるいは前記磁極部を、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで形成し、

このとき前記上部磁極層及び／または下部磁極層を、請求項6ないし9のいずれかに記載された製造方法による軟磁性膜でメッキ形成することを特徴とする薄膜磁気ヘッドの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、例えば記録用のインダクティブヘッドの磁極部として使用される軟磁性膜に係り、特にCoとFeから成る軟磁性膜に不純物を含まず、微結晶化して飽和磁束密度と耐食性の双方を共に向上させることが可能な軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

例えば薄膜磁気ヘッドのコア層には、特に今後の高記録密度化に伴い、高い飽和磁束密度Bsを有する磁性材料を使用し、前記コア層のギャップ近傍に磁束を集中させて、記録密度を向上させる必要がある。

【0003】

前記磁性材料には従来からCoとFeとを含む合金がよく使用されている（以下、特許文献1ないし5を参照）。

【0004】

【特許文献1】

特許番号第3298930号公報

【特許文献2】

特開平7-57934号公報

【特許文献3】

特開平7-233494号公報

【特許文献4】

特開2002-134318号公報

【特許文献5】

特開2002-217029号公報

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

CoとFeを含んだ磁性材料をメッキ形成するとき、メッキ浴中には一般的に光沢剤としてサッカリンナトリウム ($C_6H_4CONaSO_2$) を添加する（例えば特許文献2や特許文献4を参照）。

【0006】

しかしながらメッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加すると、サッカリンナトリウムの中に含まれているS（硫黄）が不純物としてFeと混ざり合うことで腐食しやすいといった問題があった。またメッキ浴中の3価のFeイオンやFe(OH)₃が増えて、これらのFeイオンがメッキ膜中に取り込まれると飽和磁束密度Bsが低下するといったことも問題であった。

【0007】

そこで前記磁性材料の腐食を抑制すべく、イオン化されにくい貴金属をメッキ浴中に添加し、CoFe α （ α は例えばRh）合金を形成することも考えられた。確かにCoFe α 合金であると貴金属元素 α を添加しない場合に比べて腐食を抑制できたが、その一方で飽和磁束密度Bsがさらに低下してしまい、2.2T程度の飽和磁束密度しか得られないことがわかった。

【0008】

CoとFeからなるバルク材では飽和磁束密度B_sが2.4T程度確保でき、メッキ形成でも2.4T、あるいはこれに近い飽和磁束密度B_sが得られればそれに越したことはないが、耐食性とともに飽和磁束密度B_sも高いCoとFeとを含んだ磁性材料をメッキ形成することは従来では困難であった。

【0009】

そこで本発明は上記従来の課題を解決するためのものであり、特にCoとFeから成る軟磁性膜にS(硫黄)等の不純物を含まず、微結晶化して飽和磁束密度と耐食性の双方を共に向上させることが可能な軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法を提供することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明の軟磁性膜は、CoとFeの元素から成るメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されていることを特徴とするものである。

【0011】

本発明の軟磁性膜はCoとFeからなるメッキ膜であり、このメッキ膜中には従来のようにS(硫黄)などの不純物やRhなどの貴金属元素は含まれていない。本発明の軟磁性膜は後述するようにメッキ浴中にマロン酸を添加しており、これによりメッキ形成された軟磁性膜は結晶が微細化し膜表面での面粗れが改善されるに至った。本発明のようにメッキ浴中にマロン酸を添加してメッキ形成された軟磁性膜には、膜厚方向に延びる柱状晶が形成され、一方、マロン酸を添加しない軟磁性膜には前記柱状晶が形成されなかった。前記柱状晶は、微細化された結晶が多数積み重なってできたもの、あるいは単結晶の塊であってもよいが、好みしくは微細化された結晶が多数積み重なって柱状晶が形成されている方が、耐食性の向上のほかに飽和磁束密度B_sの増大や保磁力H_cの低減も促進できると考えられる。

【0012】

本発明は、従来のようにCoFe合金中に貴金属元素を添加して耐食性の改善を図るものではなく、膜厚方向に延びる柱状晶を形成して膜表面での面粗れを改

善し耐食性の向上を図ることを可能としたものであり、また結晶の微細化や貴金属元素の添加を無すことで飽和磁束密度 B_s も向上させることが可能である。しかも飽和磁束密度については後述するように前記軟磁性膜は Fe イオンが主に Fe^{2+} の状態でメッキ形成されたものであるため更なる飽和磁束密度 B_s の向上を図ることができ、本発明では具体的には 2.35 T 以上の飽和磁束密度 B_s を得ることが可能になっている。

【0013】

また本発明では、複数の前記柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して並んで形成されることが、さらに膜表面での面粗れを抑え耐食性の向上を図ることができ、しかも飽和磁束密度を向上させる上でも好ましい。

【0014】

また本発明では、前記軟磁性膜の平均結晶粒径は、200 Å 以下であることが好ましい。また前記軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さ R_a は、2.5 Å 以下であることが好ましい。本発明の軟磁性膜では、平均結晶粒径及び膜表面での中心線平均粗さ R_a を上記のように小さくでき、この結果、耐食性の向上や飽和磁束密度 B_s の向上、及び保磁力 H_c の低下を適切に図ることが可能である。

【0015】

また本発明の薄膜磁気ヘッドは、下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部は、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで構成され、あるいは前記磁極部は、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで構成され、

前記上部磁極層及び／または下部磁極層は、上記のいずれかに記載された軟磁性膜により形成されていることを特徴とするものである。

【0016】

上記の薄膜磁気ヘッドは、下部コア層と上部コア層との間にトラック幅を規制する磁極部が形成され、この磁極部に本発明の軟磁性膜を使用できる。前記磁極

部は例えば上部磁極層と下部磁極層と、その間にギャップ層を挟んだ構造であり、上下の磁極層から漏れる記録磁界で媒体に対し信号が書き込まれていく。このため前記磁極層の飽和磁束密度 B_s は高いことに越したことは無く、本発明の軟磁性膜を前記磁極層に用いることにより高記録密度化に適切に対応可能な薄膜磁気ヘッドを形成でき、また前記磁極層の膜表面は面粗れが小さく、前記ギャップ層を平坦化された下部磁極層上に所定形状で形成しやすくなり、その結果、記録特性に優れた薄膜磁気ヘッドを製造できる。

【0017】

また本発明の軟磁性膜の製造方法は、メッキ浴中に、FeイオンとCoイオンを含み、さらにマロン酸を添加して、CoとFeの元素から成り且つ膜厚方向に延びる柱状晶を有する軟磁性膜をメッキ形成することを特徴とするものである。

【0018】

マロン酸 ($\text{HO}-\text{OCCH}_2\text{COOH}$) は錯化剤である。前記マロン酸をメッキ浴中に添加することで、メッキ浴中の Fe^{3+} は前記マロン酸との間で錯化合物を形成し、これはメッキ膜に取り込まれにくい。一方、 Fe^{2+} は、Coイオンとともにメッキ形成される軟磁性膜内に取り込まれやすい。したがってメッキ形成された軟磁性膜は主に Fe^{2+} が取り込まれて形成されたものとなっていると考えられる。また本発明ではマロン酸をメッキ浴中に添加して前記軟磁性膜の耐食性を向上させることを図り、従来、腐食の原因となっていたS(硫黄)などの不純物をメッキ浴中に混入させていない。

【0019】

上記のようにマロン酸をメッキ浴中に添加する結果、前記メッキ浴の劣化を従来に比べて抑えることができる。前記マロン酸の添加で、メッキ形成される軟磁性膜の結晶を微細化させ、また Fe^{3+} の前記軟磁性膜内での析出を抑えることができるので、本発明の製造方法は、前記軟磁性膜の耐食性及び飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることができるものとなっている。

【0020】

また本発明では、パルス電流を用いた電気メッキ法により、前記軟磁性膜をメッキ形成することが好ましい。パルス電流を用いた電気メッキ法では、例えば電

流制御素子のON/OFFを繰返し、メッキ形成時に、電流を流す時間と、電流を流さない空白な時間を設ける。このように電流を流さない時間を設けることで、メッキ液の攪拌効果が上がり、軟磁性膜中に含まれるFe含有量を増やすことができる。またCoFe合金膜を、少しずつメッキ形成し、直流電流を用いた電気メッキ法に比べメッキ形成時における電流密度の分布の偏りを緩和することが可能になっている。パルス電流による電気メッキ法によれば直流電流による電気メッキ法に比べて、前記軟磁性膜中に細かく柱状晶の結晶状態を、膜面方向に結晶粒界を介して析出させることができ、また前記柱状晶を構成する結晶の微細化を促進させることができ、面粗れを適切に抑制できる。

【0021】

また本発明では、前記マロン酸をメッキ浴中に、0.03g/1以上で0.25g/1以下の範囲内で添加することが好ましく、より好ましくは前記マロン酸をメッキ浴中に、0.03g/1以上で0.05g/1以下の範囲内で添加する。

【0022】

これによりメッキ形成された軟磁性膜の微結晶化を促進でき、面粗れを効果的に抑制できるとともに、飽和磁束密度Bsを向上させることができ、さらには保磁力Hcを低減することが可能である。

【0023】

また本発明の薄膜磁気ヘッドの製造方法は、下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部を、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで形成し、あるいは前記磁極部を、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで形成し、

このとき前記上部磁極層及び/または下部磁極層を、上記のいずれかに記載された製造方法による軟磁性膜でメッキ形成することを特徴とするものである。

【0024】

前記上部磁極層及び／または下部磁極層を上記した軟磁性膜の製造方法を用いてメッキ形成することで、耐食性に優れ、しかも飽和磁束密度B_sの高い磁極層を歩留まり良く形成することが可能になっている。

【0025】

【発明の実施の形態】

図1は、本発明の第1実施形態の薄膜磁気ヘッドの部分正面図、図2は図1に示す薄膜磁気ヘッドを2-2線から切断し矢印方向から見た縦断面図である。

【0026】

本発明における薄膜磁気ヘッドは、浮上式ヘッドを構成するセラミック材のスライダ11のトレーリング側端面11aに形成されたものであり、MRヘッドh1と、書き込み用のインダクティブヘッドh2とが積層された、MR／インダクティブ複合型薄膜磁気ヘッド（以下、単に薄膜磁気ヘッドという）となっている。

【0027】

MRヘッドh1は、磁気抵抗効果を利用してハードディスクなどの記録媒体からの洩れ磁界を検出し、記録信号を読み取るものである。

【0028】

図2に示すように、前記スライダ11のトレーリング側端面11a上にAl₂O₃膜12を介してNiFe等からなる磁性材料製の下部シールド層13が形成され、さらにその上に絶縁材料製の下部ギャップ層14が形成されている。

【0029】

前記下部ギャップ層14上には記録媒体との対向面からハイト方向（図示Y方向）に向けて、異方性磁気抵抗効果（AMR）素子、巨大磁気抵抗効果（GMR）素子あるいはトンネル型磁気抵抗効果（TMR）素子などの磁気抵抗効果素子10が形成され、さらに前記磁気抵抗効果素子10及び下部ギャップ層14上には絶縁材料製の上部ギャップ層15が形成されている。さらに前記上部ギャップ層15の上にNiFe等の磁性材料で形成された上部シールド層16が形成されている。MRヘッドh1は、前記下部シールド層13から上部シールド層16までの積層膜で構成されている。

【0030】

次に図1及び2に示す実施形態では、前記上部シールド層16がインダクティブヘッドh2の下部コア層としても兼用されており、前記下部コア層16上には、Gd決め層17が形成され、記録媒体との対向面から前記Gd決め層17の先端部までの長さ寸法でギャップデプス(Gd)が規制される。前記Gd決め層17は例えば有機絶縁材料で形成される。

【0031】

また前記下部コア層16の上面16aは図1に示すように、磁極部18の基端からトラック幅方向(図示X方向)に離れるにしたがって下面方向に傾く傾斜面で形成されており、これによりサイドフリンジングの発生を抑制することが可能である。

【0032】

また図2に示すように、記録媒体との対向面から前記Gd決め層17上にかけて磁極部18が形成されている。

【0033】

前記磁極部18は下から下部磁極層19、非磁性のギャップ層20、及び上部磁極層21が積層されている。

【0034】

前記下部磁極層19は、下部コア層16上に直接メッキ形成されている。また前記下部磁極層19の上に形成されたギャップ層20は、メッキ形成可能な非磁性金属材料で形成されていることが好ましい。具体的には、NiP、NiPd、NiW、NiMo、Au、Pt、Rh、Pd、Ru、Crのうち1種または2種以上から選択されたものであることが好ましい。

【0035】

なお本発明における具体的な実施形態として前記ギャップ層20にはNiPが使用される。NiPで前記ギャップ層20を形成することで前記ギャップ層20を適切に非磁性状態にできるからである。

【0036】

さらに前記ギャップ層20の上に形成された上部磁極層21は、その上に形成される上部コア層22と磁気的に接続される。

【0037】

上記のようにギャップ層20がメッキ形成可能な非磁性金属材料で形成されると、下部磁極層19、ギャップ層20及び上部磁極層21を連続してメッキ形成することが可能である。

【0038】

なお前記磁極部18は、ギャップ層20及び上部磁極層21の2層で構成されてもよい。

【0039】

図1に示すように、前記磁極部18はトラック幅方向（図示X方向）における幅寸法がトラック幅Twで形成されている。

【0040】

図1及び図2に示すように、前記磁極部18のトラック幅方向（図示X方向）の両側及びハイト方向後方（図示Y方向）には絶縁層23が形成されている。前記絶縁層23の上面は前記磁極部18の上面と同一平面とされる。

【0041】

図2に示すように、前記絶縁層23上にはコイル層24が螺旋状にパターン形成されている。また前記コイル層24上は有機絶縁製の絶縁層25によって覆われている。

【0042】

図2に示すように、磁極部18上から絶縁層25上にかけて上部コア層22が例えばフレームメッキ法によりパターン形成されている。図1に示すように、前記上部コア層22の先端部22aは、記録媒体との対向面でのトラック幅方向における幅寸法がT1で形成され、かかる幅寸法T1はトラック幅Twよりも大きく形成されている。

【0043】

また図2に示すように、前記上部コア層22の基端部22bは、下部コア層16上に形成された磁性材料製の接続層（バックギャップ層）26上に直接接続されている。

【0044】

本発明では、前記上部磁極層21及び／または下部磁極層19（以下では磁極層19, 21と表現する）はCoとFeの元素から成るメッキ膜で形成され、このメッキ膜中には従来のようにS（硫黄）などの不純物やRhなどの貴金属元素は含まれていない。

【0045】

また前記磁極層19, 21はマロン酸を添加したメッキ浴からメッキ形成されており、これにより前記磁極層19, 21は結晶が微細化して膜表面での面粗れが小さくなっている。

【0046】

またメッキ浴中にマロン酸を添加してメッキ形成された前記磁極層19, 21には、膜厚方向（図示Z方向）に延びる柱状晶が形成される。一方、マロン酸を添加せずにメッキ形成した磁極層19, 21には前記柱状晶が形成されない。

【0047】

前記磁極層19, 21に形成された柱状晶は、微細化された結晶が多数積み重なってできたもの、あるいは単結晶の塊であってもよい。ただし好ましくは微結晶が多数積み重なって柱状晶が形成されている方が、耐食性の向上のほかに飽和磁束密度Bsの増大や保磁力Hcの低減も促進できる。

【0048】

メッキ形成された前記磁極層19, 21に柱状晶が形成されるのは、メッキ浴中にマロン酸を添加することで結晶の微細化が促進され、このように微細化された結晶がエピタキシャル的にメッキ成長するためであると考えられる。

【0049】

またCoとFeの元素から成る前記磁極層19, 21の結晶構造は体心立方構造（bcc）であることが好ましく、また前記柱状晶は、膜面と平行な方向（図示のX-Y平面と平行な面）に、（111）面が優先配向していることが好ましい。このように前記磁極層19, 21が体心立方構造であり、膜面と平行な方向に（111）面が優先配向したものであると、結晶性に優れており、前記磁極層19, 21は、より効果的にエピタキシャル的にメッキ成長するため、更なる膜表面の面粗れの抑制を促進でき耐食性に優れた前記磁極層19, 21を形成する

ことができる。

【0050】

また前記磁極層19, 21は結晶が微細化されて柱状晶を形作っているとともに、前記磁極層19, 21はFeイオンが主に Fe^{2+} の状態でメッキ形成されたものである。従来、メッキ浴中に含まれるFeイオンは、2価のFeイオンが酸化されて3価のFeイオンや $Fe(OH)_3$ になりやすく、これらのFeイオンがCoイオンとともに軟磁性膜内に取り込まれると前記軟磁性膜の飽和磁束密度 B_s が低下するといった問題があったが、上記のように図1及び図2に示す磁極層19, 21ではFeイオンは主に Fe^{2+} の状態でメッキ形成されたものであり、したがって前記磁極層19, 21の飽和磁束密度 B_s をより向上させることができ可能になっている。このように Fe^{2+} を磁極層19, 21内に取り込みやすくなったのは、メッキ浴中に錯化剤であるマロン酸を添加したためである。

【0051】

また前記飽和磁束密度 B_s の向上には磁極層19, 21内のFe量も適正化することが重要であり、前記Fe量を60質量%以上で80質量%以下にすると前記磁極層19, 21の飽和磁束密度 B_s を2.35T以上にできるものと考えられる。CoFe合金で形成されたバルク材の飽和磁束密度 B_s は2.4T程度であるため、図1及び図2に示す磁極層19, 21の飽和磁束密度 B_s はバルク材にかなり近い飽和磁束密度 B_s を得ることが可能になっている。なお前記Fe量は60質量%以上で70質量%以下であることが、確実に2.35T以上の飽和磁束密度 B_s を得ることができて好ましい。

【0052】

また前記磁極層19, 21には前記柱状晶は複数形成され、各柱状晶は結晶粒界を介して膜面方向に並んで形成された状態にあることが好ましく、またこれら柱状晶は膜面方向に結晶粒界を介して膜全体に形成されていることがより好ましい。前記磁極層19, 21がこのような状態にあると結晶性が非常によいことを意味し、前記磁極層19, 21の結晶の微細化が促進された状態にある。このため前記磁極層19, 21の膜表面の面粗れもより小さくでき、また飽和磁束密度 B_s の更なる向上や保磁力 H_c の更なる低下を図ることが可能になっている。

【0053】

また前記磁極層19, 21は、微結晶化されて平均結晶粒径が従来に比べて小さく前記磁極層19, 21の平均結晶粒径を200Å以下にすることが可能である。また前記磁極層19、21の結晶が微結晶化されて結晶性が良好になり柱状晶を形成することで面荒れを抑制でき、前記磁極層19、21の中心線平均粗さRaを2.5Å以下に抑えることが可能である。

【0054】

また飽和磁束密度Bs以外の磁気特性としては、保磁力Hcを1185(A/m)(=150e)以下に抑えることができ、また20(μΩ·cm)以上の比抵抗を得ることができる。

【0055】

一方、膜応力は1200MPa程度まで高くなることがあるが、磁極部18として構成される下部磁極層19及び上部磁極層21は、非常に薄い膜厚(下部磁極層19は0.3μm程度、上部磁極層21は0.3~0.5μm程度)でまたトラック幅方向への幅寸法も非常に小さく、このように前記磁極層19, 21は非常に小さい領域に形成されるため、膜応力が多少高くても記録特性に悪影響は出にくく、磁極層19、21にはむしろより高い飽和磁束密度Bsが求められる。図1及び図2に示す磁極層19, 21は上記したように2.35T以上の高い飽和磁束密度Bsを得ることが可能であるため、今後の高記録密度化をより効果的に図るために相応しい磁極層19, 21の形成を実現することが可能になっている。また前記下部磁極層19の膜表面の面粗れが小さいため、前記下部磁極層19上に形成されるギャップ層20を平坦化された面上に形成できる。このため前記ギャップ層20をトラック幅方向(図示X方向)に平行な方向に所定の矩形状で形成でき、従来、前記下部磁極層19の膜表面が荒れていることによる前記ギャップ層20の湾曲形状が改善され、記録特性に優れた薄膜磁気ヘッドを形成することが可能になっている。

【0056】

以上のように図1及び図2に示す磁極層19, 21は、CoとFeの元素から成るメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されており、前記磁

極層19、21の耐食性と飽和磁束密度B_sの双方を共に向上させることが可能になっている。

【0057】

図3は本発明における第2実施形態の薄膜磁気ヘッドの縦断面図である。

この実施形態ではMRヘッドh1が図1と同じである。図3に示すように下部コア層16にはアルミナなどによる磁気ギャップ層（非磁性材料層）41が形成されている。さらに前記磁気ギャップ層41の上にはポリイミドまたはレジスト材料製の絶縁層43を介して平面的に螺旋状となるようにパターン形成されたコイル層44が設けられている。なお、前記コイル層44はCu（銅）などの電気抵抗の小さい非磁性導電性材料で形成されている。

【0058】

さらに、前記コイル層44はポリイミドまたはレジスト材料で形成された絶縁層45に囲まれ、前記絶縁層45の上に軟磁性材料製の上部コア層46が形成されている。

【0059】

図3に示すように、前記上部コア層46の先端部46aは、記録媒体との対向面において、下部コア層16の上に前記磁気ギャップ層41を介して対向し、磁気ギャップ長G11の磁気ギャップが形成されており、上部コア層46の基端部46bは図3に示すように、下部コア層16と磁気的に接続されている。

【0060】

図3に示す下部コア層16及び／または上部コア層46（以下、コア層16、46と表現する）は、図1及び図2で説明した磁極層19、21と同様に、CoとFeの元素からなるメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されており、このコア層16、46によれば耐食性と共に飽和磁束密度B_sの双方をより効果的に向上させることが可能になっている。

【0061】

次に図1及び図2に示す磁極層19、21のメッキ形成法について以下に説明する。

【0062】

前記磁極層19、21をメッキ形成するためのメッキ浴にはC₆O²⁻イオンとFe³⁺イオンを含み、さらにマロン酸(HO—OCC₂COOH)も添加されている。

【0063】

前記マロン酸は錯化剤である。前記マロン酸をメッキ浴中に添加することで、メッキ浴中のFe³⁺は前記マロン酸との間で錯化合物を形成し、これはメッキ膜に取り込まれにくい。

【0064】

一方、メッキ浴中のFe²⁺は、C₆O²⁻イオンとともにメッキ形成される磁極層19、21の形成領域内に取り込まれやすい。したがってメッキ形成された磁極層19、21は主にFe²⁺が取り込まれて形成されたものとなっていると考えられる。

【0065】

また上記のメッキ浴には、電極表面のpH緩衝剤となるホウ酸(H₃BO₃)やNaClが添加されるものの、従来腐食の原因となっていたS(硫黄)などの不純物を含むサッカリンナトリウム(C₆H₄CONNaSO₂)などは添加されていない。また従来、耐食性の向上のために添加されていたRhなどの貴金属元素を含む化合物も添加されていない。

【0066】

上記のようにマロン酸をメッキ浴中に添加する結果、前記メッキ浴の劣化を従来に比べて抑えることができる。そして前記マロン酸の添加で、磁極層19、21は微細化した結晶がエピタキシャル的に膜厚方向に積み重なってメッキされていき、その結果、前記磁極層19、21には膜厚方向に延びる柱状晶が形成され、またFe³⁺の磁極層19、21内への析出を抑えることができ、さらに前記磁極層19、21内にはC₆O²⁻とFe³⁺以外にSなどの不純物や貴金属元素は含まれていない。

【0067】

また前記磁極層19、21をパルス電流を用いた電気メッキ法によりメッキ形成することが好ましい。

【0068】

パルス電流を用いた電気メッキ法では、例えば電流制御素子のON/OFFを繰返し、メッキ形成時に、電流を流す時間と、電流を流さない空白な時間を設ける。このように電流を流さない時間を設けることで、磁極層19、21を、少しずつメッキ形成し、そしてメッキ浴に占めるFeイオンの濃度を増やしても、従来のように直流電流を用いた場合に比べメッキ形成時における電流密度の分布の偏りを緩和することが可能になっている。

【0069】

なおパルス電流は、例えば数秒サイクルでON/OFFを繰返し、デューティ比を0.1～0.5程度にすることが好ましい。パルス電流の条件は、CoFe合金の平均結晶粒径及び膜面の中心線平均粗さRaに影響を与える。

【0070】

上記のようにパルス電流による電気メッキ法では、メッキ形成時における電流密度の分布の偏りを緩和することができるから、直流電流による電気メッキ法に比べて前記磁極層19、21の結晶をより微細化でき、また膜面方向に多数の柱状晶を膜厚方向に延びる結晶粒径を介して形成しやすくなり、好ましくは前記柱状晶を膜全体に形成できるとともに、前記磁極層19、21内に含まれるFe含有量を従来よりも増やすことが可能になる。

【0071】

前記パルス電流による電気メッキ法を用いると、従来の直流電流を用いた電気メッキ法に比べて、組成比の調整の自由度が増し、CoとFeの元素から成る磁極層19、21のFe量を60質量%～80質量%の範囲内、好ましくは60質量%～70質量%の範囲内で容易に調整できる。

【0072】

上記のようにマロン酸が添加されたメッキ浴からメッキ形成された磁極層19、21は結晶が微細化し、前記磁極層19、21には膜厚方向に延びる柱状晶が形成され、また特にパルス電流による電気メッキ法を用いることで、更なる微結晶化や前記磁極層19、21内に含まれるFe量の増大を促進できる結果、耐食性の向上と共に飽和磁束密度Bsが高い磁極層19、21を容易に形成すること

が可能になっている。

【0073】

なお前記磁極層19, 21のメッキ形成には、直流電流を用いた電気メッキ法を用いても、前記磁極層19, 21に膜厚方向に延びる柱状晶を形成できるが、パルス電流を用いた電気メッキ法を使用すると膜応力の低下やメッキレートが遅くなることで結晶が微細化しやすく耐食性の更なる向上や飽和磁束密度B_sの増大を図ることができる。

【0074】

また前記メッキ浴中に前記マロン酸は、0.03g/l以上で0.25g/l以下の範囲内で添加されることが好ましく、より好ましくはメッキ浴中に、0.03g/l以上で0.05g/l以下の範囲内で添加される。

【0075】

後述する実験結果によれば、前記マロン酸の添加量を上記の範囲内にすることで、前記磁極層19, 21の結晶の微細化を促進でき、柱状晶を膜内により広い範囲に細かく析出させることができ、膜表面での面粗れを効果的に抑制できるとともに、飽和磁束密度B_sを向上させることができ、さらには保磁力H_cを低減することが可能となっている。

【0076】

なお図3に示す上部コア層46及び/または下部コア層16も上記したマロン酸が添加されたメッキ浴を用いてメッキ形成される。

【0077】

なお本発明では、CoとFeの元素からなる軟磁性膜の用途として図1ないし図3に示す薄膜磁気ヘッドを提示したが、この用途に限定されるものではない。例えば前記CoとFeの元素から成る軟磁性膜は、薄膜インダクタ等の平面型磁気素子等にも使用可能である。

【0078】

【実施例】

本発明では、以下に示されたメッキ浴から電気メッキ法を用いてCoFe合金をメッキ形成し、この際、前記CoFe合金の組成比と軟磁気特性及び膜特性と

の関係について調べた。

【0079】

なお実施例（サッカリン無し+マロン酸のメッキ浴でメッキ形成されたCoFe合金）、比較例1（サッカリン入りのメッキ浴でメッキ形成されたCoとFeを含む合金）、比較例2（サッカリン無しのメッキ浴でメッキ形成されたCoとFeを含む合金）及び比較例3（CoFeRh合金）での各メッキ浴条件及び成膜条件を表1に示した。

【0080】

【表1】

Fe組成 [重量%]	Co組成 [重量%]	Ni組成 [重量%]	Fe/Co [g/g]	Fe/Co [g/g]	Fe/Co [g/g]	電流密度 [mA/cm ²]	Duty比	pH	Temp	4πHs [T]	Hch [Oe]	結晶粒径 [Å]	表面粗さ [nm]	腐食力 [μA/cm ²]	比抵抗 [μΩcm]
59.9 40.1	—	—	4.02	4.12	0.95	—	—	—	—	2.2	23.8	353	21.6	83	24.4
63.8 36.3	—	—	4.02	3.43	1.14	—	—	—	—	2.2	18.5	308	14.1	708	27.0
66.8 33.2	—	—	4.02	2.87	1.31	—	—	—	—	2.2	17.0	—	8.4	222	27.3
69.5 31.4	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	17.2	212	8.1	327	26.1
70.8 29.2	—	—	1.23	0.59	1.74	—	—	—	—	2.3	15.8	301	7.3	318	26.8
71.0 28.1	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	15.2	276	6.6	328	27.4
71.4 28.7	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	14.3	254	4.3	313	26.9
71.4 28.6	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.2	14.3	277	6.1	365	26.5
71.7 28.3	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.2	15.4	268	6.8	320	27.8
71.7 28.3	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.2	18.6	287	4.5	382	27.3
71.8 28.2	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	14.7	277	6.0	306	27.2
72.3 27.7	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.2	18.3	233	6.2	341	26.8
72.8 27.2	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	15.6	301	4.2	354	27.2
72.9 27.1	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	15.6	268	4.6	355	27.6
73.0 27.1	—	—	1.28	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	18.8	280	3.2	382	27.0
73.7 26.3	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	2.3	15.6	308	6.3	365	26.3
79.5 20.5	—	—	4.02	1.60	2.44	—	—	—	—	2.2	16.2	326	10.6	291	31.7
88.0 17.0	—	—	4.02	1.29	3.11	—	—	—	—	2.2	14.2	—	10.1	319	31.4
85.8 14.2	—	—	4.02	0.91	4.27	—	—	—	—	2.1	13.5	334	6.9	328	31.9
90.2 9.8	—	—	4.02	0.57	6.83	—	—	—	—	2.1	13.0	—	13.0	315	32.7
93.6 8.4	—	—	4.02	0.34	11.39	—	—	—	—	2.0	14.9	334	10.4	315	32.5
97.4 2.5	—	—	4.02	0.11	34.17	—	—	—	—	2.0	18.2	—	18.3	311	23.5
99.1 0.6	—	—	4.02	0.00	—	—	—	—	—	1.9	25.5	—	12.2	258	26.8
70.6 29.4	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	2.33	10.0	—	4.9	384	23.1
72.9 27.1	—	—	2.01	0.84	2.13	—	—	—	—	2.32	9.8	—	12.2	842	24.7
66.8 33.2	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	2.33	15.2	—	5.0	782	19.7
56.8 33.1	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	2.30	12.3	—	23.1	694	19.7
65.8 34.4	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	2.29	14.4	—	4.7	595	19.1
70.0 30.1	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	2.33	15.1	—	7.6	629	22.5
64.7 25.3	—	—	3.82	0.34	4.05	—	—	—	—	2.30	18.0	210	1.4	149	18.2
68.6 31.4	—	—	4.62	0.94	4.90	—	—	—	—	2.32	14.3	—	1.0	149	20.6
69.2 30.8	—	—	5.22	0.84	5.54	—	—	—	—	2.34	15.3	—	1.5	166	21.7
65.9 34.1	—	—	5.22	0.84	5.54	—	—	—	—	2.29	23.6	180	1.7	102	19.0
68.6 31.5	—	—	6.03	0.94	5.38	—	—	—	—	2.32	19.5	—	1.6	69	20.9
69.0 31.0	—	—	8.03	0.94	5.38	—	—	—	—	2.31	20.1	—	1.8	78	21.4
67.8 32.3	—	—	6.23	0.94	5.60	—	—	—	—	2.32	26.4	173	2.1	60	20.4
69.7 30.3	—	—	7.20	0.94	7.68	—	—	—	—	2.26	—	244	1.8	53	21.1
73.8 26.2	—	—	3.42	0.62	6.52	—	—	—	—	2.30	19.2	—	1.8	182	26.6
79.7 20.3	—	—	5.42	0.52	10.35	—	—	—	—	2.26	17.8	—	2.1	224	32.7
79.9 20.1	—	—	5.42	0.52	10.35	—	—	—	—	2.23	17.0	—	2.8	253	33.2
62.0 18.0	—	—	6.42	0.52	10.35	—	—	—	—	2.18	17.2	220	5.5	294	33.8
75.1 25.0	—	—	6.43	0.52	12.27	—	—	—	—	2.23	—	225	1.9	220	29.4
78.3 21.7	—	—	7.43	0.52	14.18	—	—	—	—	2.23	20.6	230	2.6	194	32.4
79.3 20.7	—	—	2.01	0.21	9.58	—	—	—	—	2.25	14.4	—	1.0	132	32.7
80.6 19.4	—	—	2.01	0.21	12.48	—	—	—	—	2.19	14.2	—	1.7	163	33.5
84.0 16.0	—	—	4.02	0.23	17.42	—	—	—	—	2.14	14.4	—	1.7	154	34.7
89.5 16.6	—	—	4.02	0.24	18.98	—	—	—	—	2.15	16.2	—	1.2	96	34.1
79.9 20.2	—	—	2.01	0.63	3.18	—	—	—	—	2.22	17.8	—	3.5	338	32.7
66.4 33.6	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	2.35	21.4	—	0.9	390	20.2
64.1 35.9	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	2.28	24.7	—	2.4	248	18.4
68.2 31.6	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	2.32	20.7	—	1.6	287	20.6
70.3 29.7	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	2.35	17.4	—	1.9	415	22.8
64.7 35.3	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	2.30	25.0	—	2.0	217	18.3
62.7 37.3	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	2.28	28.7	—	2.0	217	—
67.0 33.0	—	—													

サッカリンナトリウムは前記メッキ浴中に添加されていない。

【0082】

また成膜条件として、メッキ浴温度を30℃に設定し、電極のpHを2.1～2.5の範囲内に設定した。さらに電気メッキ法としてパルス電流を用いた場合、パルス電流のディーティー比(ON/OFF)を0.3に設定した。なおパルス電流を用いずに直流電流を用いてメッキ形成したCoFe合金もいくつか形成した。

【0083】

また上記のメッキ浴内にマロン酸を0.03(g/1)あるいは0.05g/1添加し、複数のCoFe合金をメッキ形成した。

【0084】

次に比較例1として $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Coイオンの量は表1を参照)、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Feイオンの量は表1を参照)、 NaCl (25g/1)、 H_3BO_3 (25g/1)及びサッカリンナトリウムを添加したメッキ浴を用いてCoとFeを含む合金をメッキ形成し、比較例2として $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Coイオンの量は表1を参照)、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Feイオンの量は表1を参照)、 NaCl (25g/1)、 H_3BO_3 (25g/1)を添加したメッキ浴を用いてCoとFeを含む合金をメッキ形成した。また比較例3としてCoFeRh合金もメッキ形成した。なお成膜条件は、実施例と同じでパルス電流を用いて各比較例の軟磁性膜をメッキ形成した。

【0085】

次に上記した実施例及び比較例1ないし3のメッキ浴から形成された各軟磁性膜を用い、これら軟磁性膜のFe量と種々の磁気特性との関係について調べた。Fe量と飽和磁束密度Bsとの関係は図4に示されている。

【0086】

図4に示すように、実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金は、Fe量が60質量%から70質量%付近で飽和磁束密度Bsが2.35T以上となっており、比較例のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金に比べて高い飽和磁束密度Bsを得ることができることがわかった。

【0087】

次に図5にはFe量と保磁力Hcとの関係が示されている。なお1(0e)は79(A/m)である。図5に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金は、Fe量が60質量%から70質量%付近で保磁力Hcが1185(A/m)以下(=150e以下)となっており、比較例のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金と同程度、あるいはそれよりも低い保磁力Hcを得ることができることがわかった。

【0088】

次に図6にはFe量と比抵抗との関係が示されている。図6に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金は、比抵抗が20(μΩ・cm)以上となっており、比較例のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金と同程度、あるいはそれよりも高い比抵抗を得ることができることがわかった。

【0089】

次に図7にはFe量と膜応力との関係が示されている。図7に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金は、膜応力が最大で1200(MPa)程度まで上昇し、比較例のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金に比べて膜応力が大きくなりやすい傾向があることがわかった。

【0090】

次に上記した実施例及び比較例1、2でのメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜のFe量と結晶粒径、及びFe量と膜表面の中心線平均粗さRaとの関係について調べた。

【0091】

図8がFe量と結晶粒径との関係を示すグラフである。図8に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金の結晶粒径は、比較例1及び2のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金の結晶粒径に比べて小さくなる傾向にあり、実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金では結晶粒径を200Å以下に抑えることができるとわかった。

【0092】

図9はFe量と膜表面の中心線平均粗さRaとの関係を示すグラフである。図9に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金の中心線平均粗さRaは、比較例1及び2のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金の中心線平均粗さRaに比べて小さくなる傾向にあり、実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金では膜表面での中心線平均粗さRaを2.5Å以下に抑えることができるとわかった。

【0093】

図10は、実施例及び比較例1、2のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さRaと結晶粒径との関係を示すグラフである。図10に示すように膜表面での中心線平均粗さRaが小さくなると結晶粒径も小さくなっていることがわかる。この傾向は実施例及び比較例1、2のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜全体に同じように見られるが、実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金は、比較例1、2のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金よりも膜表面の中心線平均粗さRa及び結晶粒径を極めて小さくできることがわかった。

【0094】

図11は、実施例、及び比較例1ないし3のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さRaと飽和磁束密度Bsとの関係を示すグラフである。

【0095】

図11に示すように膜表面での中心線平均粗さRaが小さくなると飽和磁束密度Bsは大きくなっていることがわかる。この傾向は実施例及び比較例1ないし3のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜全体に同じように見られるが、実施例のメッキ浴からメッキ形成されたCoFe合金は、比較例1ないし3のメッキ浴からメッキ形成されたCoとFeとを含む合金よりも飽和磁束密度Bsを効果的に大きくでき、特に実施例のCoFe合金では2.35T以上の飽和磁束密度Bsを得ることができることがわかった。

【0096】

以上のように、実施例、すなわちメッキ浴中にマロン酸を添加し、サッカリン

ナトリウムを添加しないでメッキ形成したCoFe合金であれば、結晶の微細化を促進でき、膜表面の中心線平均粗さRaを小さくできるとともに、飽和磁束密度Bsを向上させることができ、また保磁力Hcを低減できるなど他の磁気特性も薄膜磁気ヘッドの磁極層やコア層として使用できる範囲内に収めることができる。

【0097】

またメッキ浴中にマロン酸を添加した場合、前記マロン酸は錯化剤であるため、前記メッキ浴中に含まれる3価のFeイオンは前記マロン酸と錯化合物を形成しやすく、その結果、メッキ形成されたCoFe合金のFeは主にメッキ浴中の2価のFeイオンであるものと考えられ、飽和磁束密度Bsを低減させる要因となっていた3価のFeイオンがCoFe合金中に取り込まれにくくなっていると考えられる。このため実施例のCoFe合金は、比較例のCoFe合金に比べて飽和磁束密度Bsが高く、Fe量を60質量%以上で70質量%以下とすることで、前記飽和磁束密度Bsを確実に2.35T以上にすることができる。

【0098】

次に実施例及び比較例1ないし3の各軟磁性膜に対し耐食性実験を行った。実験は各軟磁性膜を基板上にべた膜でメッキ形成し、これを直径7mmで丸パターンに加工した後、pH4.0の硫酸水に30分浸漬し、その後、腐食の発生を金属顕微鏡で観察した。その実験結果を以下の表2に掲載した。

【0099】

【表2】

メッキ膜名	組成 [質量%]	面粗さ [nm]	耐食性試験結果	◎、○、△、×
比較例3	Fe/Co/Rh=65/33/2	1.4	エッジに腐食	△
	Fe/Co/Rh=64/32/4	1.5	エッジに腐食	△
比較例1	Fe/Co=68/32	8.1	全面に腐食	×
	Fe/Co=72/28	4.2	全面に腐食	×
比較例2	Fe/Co=64/36	1.4	腐食見られず	○
	Fe/Co=70/30	1.8	腐食見られず	○
	Fe/Co=74/26	1.9	腐食見られず	○
	Fe/Co=84/16	1.7	腐食見られず	○
	Fe/Co=90/10	1.8	腐食見られず	○
	Fe/Co=64/36	0.8	腐食見られず	◎
実施例	Fe/Co=70/30	0.5	腐食見られず	◎

◎:全く腐食無し

○:腐食は見られないが、色の変化がある

△:部分的に腐食が見られる

×:全面に腐食が見られる

【0100】

表2を見てわかるように、CoFeRh合金（比較例3）の場合、実験サンプルのエッジ（縁部）部分に腐食が見られた。またメッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加してメッキ形成されたCoとFeを含む合金（比較例1）の場合、実験サンプルの全体に腐食が見られた。

【0101】

一方、メッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加しないでメッキ形成されたCoとFeを含む合金（比較例2）の場合は、実験サンプルに腐食が見られなかつたものの、メッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加せずマロン酸を添加してメッキ形成されたCoFe合金（実施例）の場合に比べて膜表面に色の変化があり、実施例のCoFe合金が比較例の各軟磁性膜に比べて最も耐食性に優れていることが確認された。

【0102】

このように実施例のCoFe合金の耐食性が優れている理由は、実施例のCoFe合金は、比較例の各軟磁性膜に比べて結晶の微細化が促進され、膜表面での中心線平均粗さRaが非常に小さいためであると考えられる。

【0103】

以上のようにメッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加せずマロン酸を添加し

てメッキ形成されたC o F e 合金（実施例）の場合、飽和磁束密度B sとともに耐食性の双方を効果的に向上させることができるとわかった。

【0104】

次に、実施例及び比較例2の軟磁性膜を膜厚方向と平行な方向から切断し、その切断面に現れた結晶状態を透過電子顕微鏡（TEM）で観察した。

【0105】

図12は、メッキ浴中にサッカリンナトリウムとマロン酸を共に添加せずにパルス電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成したC o とF e とを含む合金（比較例2）のTEM写真であり、図13は図12に示す写真の一部を拡大したものである。

【0106】

図12及び図13に示すように、メッキ形成された軟磁性膜は、ほぼ結晶質であるものと考えられるが、結晶がどのような形態を有しているかは判断できず、図13を見てわかるように結晶粒界はあまり見られず、各結晶は一つの大きな塊状になっているものと考えられる。

【0107】

次に図14は、メッキ浴中にマロン酸を0.03g/l添加し、パルス電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成したC o F e 合金のTEM写真であり、図15は図14に示す写真の一部を拡大したものである。

【0108】

図14に示すようにC o F e 合金には基板から膜厚方向にかけて黒いスジ状のコントラストが多く見られ、これは結晶が基板側から膜表面方向にかけて柱状にメッキ成長しているものと考えられる。図15の拡大写真に示すように、結晶粒界が複数箇所で見られ、この結晶粒界が膜厚方向に長く延びているため、前記結晶粒界で挟まれた結晶領域は膜厚方向に延びる柱状晶の状態となっている。

【0109】

次に図16は、メッキ浴中にマロン酸を0.05g/l添加し、パルス電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成したC o F e 合金のTEM写真であり、図17は図16に示す写真の一部を拡大したものである。

【0110】

図16は図14と同様にCoFe合金に基板から膜厚方向にかけて黒いスジ状のコントラストが多く見られ、これは結晶が基板側から膜表面方向にかけて柱状にメッキ成長しているものと考えられる。また特に図17の拡大写真に示すように、結晶粒界がはっきりと複数箇所で見られ、この結晶粒界が膜厚方向に長く直線的に延びている。よって前記結晶粒界で挟まれた結晶領域は膜厚方向に直線的に延びる柱状晶の状態となっている。また図17に示すように前記柱状晶内でも白く写っている部分と黒く写っている部分とのコントラストがはっきりと見て取れ、これは各柱状晶が微結晶の積み重ねによって形成されているものと考えられる。

【0111】

図14ないし図17を見てわかるように、メッキ浴中に添加されるマロン酸の量を0.03g/lよりも0.05g/lにする方が、膜厚方向に延びる柱状晶がよりはっきりと見て取れ、またこの柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して並んで形成されやすく、しかも前記柱状晶は多数の微結晶が積み重なって形成されやすくなっていることがわかる。

【0112】

次に図18は、メッキ浴中にマロン酸を0.05g/l添加し、直流電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成したCoFe合金のTEM写真であり、図19は図18に示す写真の一部を拡大したものである。

【0113】

図18でも図14や図16と同様にCoFe合金の断面に基板から膜厚方向にかけて黒いスジ状のコントラストが多く見られ、これは結晶が基板側から膜表面方向にかけて柱状にメッキ成長しているものと考えられる。また図19の拡大写真に示すように、結晶粒界が複数箇所で見られ、この結晶粒界が膜厚方向に長く延びている。よって前記結晶粒界で挟まれた結晶領域は膜厚方向に延びる柱状晶の状態となっている。

【0114】

図18及び図19に示すCoFe合金は直流電流を用いてメッキ形成されたも

のであるが、メッキ浴中にマロン酸を添加してメッキ形成されたC o F e 合金であれば、直流電流によっても柱状晶が形成されることが確認された。

【0115】

以上のように、メッキ浴中にマロン酸を添加しパルス電流あるいは直流電流を用いてメッキ形成されたC o F e 合金には膜厚方向に延びる柱状晶が形成されることがわかった。なおマロン酸を0. 05 g / l 添加する方が0. 03 g / l 添加する場合よりも膜厚方向に延びる結晶粒界を介して細かく柱状晶が膜面方向に並んで形成され、しかもこの柱状晶が微結晶の積み重ねによって形成されやすくなっている。またパルス電流を用いた方が直流電流を用いてメッキ形成される場合に比べてC o F e 合金の膜全体に前記柱状晶が適切に形成されやすく、また前記柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して細かく形成されることもわかった。

【0116】

図20ないし図22は、以下の条件の下で形成された軟磁性膜の膜表面の状態を示す走査電子顕微鏡（SEM）写真である。

【0117】

成膜条件は、電流密度を25. 7 (mA / cm²) とし、パルス電流のディーティー比(ON / OFF)を200 / 800 msecに設定し、また電極のpHを2. 2に設定した。

【0118】

図20はメッキ浴にマロン酸及びサッカリンナトリウムを添加せずにメッキ形成したC o とF e を含む合金（比較例2）の膜表面のSEM写真、図21は、メッキ浴にマロン酸を0. 03 g / l 添加してメッキ形成したC o F e 合金（実施例）のSEM写真、図22はメッキ浴にマロン酸を0. 05 g / l 添加してメッキ形成したC o F e 合金（実施例）のSEM写真である。

【0119】

最も膜表面の面粗れが小さいのが図22、次に図21で、最も面粗れが激しいのが図20であることがわかる。このようにメッキ浴にマロン酸を入れるとC o F e 合金の膜表面の面粗れを改善でき、しかも前記マロン酸を0. 05 g / l 添

加する方が0.03g/l添加する場合に比べてCoFe合金の膜表面の面粗れをより適切に改善できることがわかった。

【0120】

図23はメッキ浴にマロン酸を0.05g/l添加し、そのメッキ浴からパルス電流を用いて下部磁極層及び上部磁極層をメッキ形成した薄膜磁気ヘッドを正面（図1と同じ面）から膜厚方向に沿ってFIB装置（フォーカスドイオンビーム）により切断し、その切断面をSIM（スキャニングイオンマイクロスコープ）で写したSIM写真である。

【0121】

図23に示す「CoFeメッキ膜」と記載されている部分が磁極層で、前記磁極層間にはギャップとなるNiPメッキ膜が形成されている。CoFeメッキ膜/NiPメッキ膜/CoFeメッキ膜の3層部分が図1で言う磁極部18に該当している。そしてCoFeメッキ膜のうちNiPメッキ膜の下側に形成されているCoFeメッキ膜が下部磁極層19で、NiPメッキ膜の上側に形成されているCoFeメッキ膜が上部磁極層21である。

【0122】

図23に示すように、下部磁極層19となるCoFeメッキ膜の膜表面は平坦化されており、その結果、前記NiPメッキ膜を平坦化面状に形成できるため、前記NiPメッキ膜が湾曲されて形成される、いわゆるスマイルフェイス形状で形成されるのを防ぐことができる。また前記上部磁極層21もその膜表面が平坦化されている。このようにマロン酸を添加したメッキ浴を用いてメッキ形成されたCoFe合金により下部磁極層19及び上部磁極層21を形成することにより、前記磁極層19、21の膜表面の面粗れを抑制できて平坦化して形成でき、前記磁極層19、21間に挟まれるNiPメッキ膜を幅方向に平行な矩形状で形成することができる。非常に狭い幅寸法と高さ寸法で形成される磁極部18ではギャップ層を幅方向に所定形状に形成することが高記録密度化の下で優れた記録特性を得るために必要であるが、それをマロン酸を添加したメッキ浴を用いてメッキ形成されたCoFe合金により下部磁極層19及び上部磁極層21を形成することで実現することができる。

【0123】

図24及び図25は、以下の表3で得られた実験結果を基にグラフ化したものであり、図24はマロン酸の添加濃度と、CoFe合金の飽和磁束密度Bs、保磁力Hc及び異方性磁界Hkとの関係を示すグラフである。なお1(Oe)は79(A/m)である。

【0124】

【表3】

マロン酸 [g/l]	Bs [T]	Hch [Oe]	表面粗さ [nm]	膜応力 [MPa]	比抵抗 [μΩcm]
0.00	2.25	16.5	3.6	723	24.9
0.01	2.29	16.7	2.7	838	25.1
0.02	2.30	14.8	2.7	847	23.2
0.03	2.37	12.0	1.1	926	24.4
0.05	2.37	9.0	0.5	950	24.8

【0125】

表3に示すように、各サンプルではメッキ浴中に添加されるマロン酸の添加量を変化させ、パルス電流を用いた電気メッキ法でCoFe合金をメッキ形成している。マロン酸の添加量が0.00g/lのサンプルでは、Fe量が71.1質量%、Co量が28.9質量%のCoFe合金が得られ、マロン酸の添加量が0.01g/lのサンプルでは、Fe量が70質量%、Co量が30質量%のCoFe合金が得られ、マロン酸の添加量が0.02g/lのサンプルでは、Fe量が70.3質量%、Co量が29.7質量%のCoFe合金が得られ、マロン酸の添加量が0.03g/lのサンプルでは、Fe量が70.1質量%、Co量が29.9質量%のCoFe合金が得られ、マロン酸の添加量が0.05g/lのサンプルでは、Fe量が69質量%、Co量が31質量%のCoFe合金が得られた。このように各サンプルではCoFe合金の組成比はさほど変わらない。

【0126】

図24に示すようにメッキ浴中へのマロン酸の添加量が増えるほど、飽和磁束密度Bsが大きくなり、特に前記マロン酸の添加量が0.03g/l以上になると前記CoFe合金の飽和磁束密度Bsは2.35T以上になることがわかった。

【0127】

また保磁力 H_c はメッキ浴中へのマロン酸の添加量が増えるほど低下していくことがわかった。

【0128】

図25は、マロン酸の添加濃度と、CoFe合金の膜表面での中心線平均粗さ R_a 、比抵抗及び膜応力との関係を示すグラフである。

【0129】

図25に示すように、メッキ浴中へのマロン酸の添加量が増えるほど、CoFe合金の膜表面の中心線平均粗さ R_a が小さくなり、特に前記マロン酸の添加量が $0.03\text{ g}/1$ 以上になると前記CoFe合金の中心線平均粗さ R_a は 2.5 \AA 以下になることがわかった。

【0130】

この実験結果からメッキ浴中に添加するマロン酸の量は $0.03\text{ g}/1$ 以上であることが好ましく、また下限は $0.05\text{ g}/1$ 以下であることが飽和磁束密度 B_s を的確に 2.35 T 以上にできる点で好ましいことがわかった。

【0131】

【発明の効果】

以上詳述した本発明の軟磁性膜はCoとFeからなるメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶が形成されている。

【0132】

本発明では、膜厚方向に延びる柱状晶を形成して膜表面での面粗れを改善し耐食性の向上を図ることを可能とし、また結晶の微細化や貴金属元素の添加を無することで飽和磁束密度 B_s も向上させることが可能である。

【0133】

すなわち本発明のCoFe合金によれば耐食性と飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることができ、前記飽和磁束密度 B_s を具体的には 2.35 T 以上にできる。

【0134】

また本発明のCoFe合金の製法ではメッキ浴中にマロン酸を添加しており、

これによってメッキ浴の劣化を従来に比べて抑えることができる。前記マロン酸の添加で、メッキ形成される軟磁性膜の結晶を微細化させ、また Fe^{3+} の前記軟磁性膜内での析出を抑えることができるので、本発明の製造方法は、前記軟磁性膜の耐食性及び飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることができるものとなっている。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の第1実施形態の薄膜磁気ヘッドの部分正面図、

【図2】

図1の縦断面図、

【図3】

本発明の第2実施形態の薄膜磁気ヘッドの部分正面図、

【図4】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1ないし3の各軟磁性膜の Fe 量と飽和磁束密度 B_s との関係を示すグラフ、

【図5】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1ないし3の各軟磁性膜の Fe 量と保磁力 H_c との関係を示すグラフ、

【図6】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1、2の各軟磁性膜の Fe 量と比抵抗との関係を示すグラフ、

【図7】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1、2の各軟磁性膜の Fe 量と膜応力との関係を示すグラフ、

【図8】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1、2の各軟磁性膜の Fe 量と結晶粒径との関係を示すグラフ、

【図9】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1、9の各軟磁性膜の Fe

量と膜表面での中心線平均粗さ R_a との関係を示すグラフ、

【図10】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1、2の各軟磁性膜の中心線平均粗さと結晶粒径との関係を示すグラフ、

【図11】

表1に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例1ないし3の各軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さ R_a と飽和磁束密度 B_s との関係を示すグラフ、

【図12】

メッキ浴にマロン酸及びサッカリンナトリウムを添加せずにパルス電流によりメッキ形成したCoFe合金の膜厚方向と平行な断面のTEM写真、

【図13】

図12の一部を拡大したTEM写真、

【図14】

メッキ浴にマロン酸を0.03g/l添加してパルス電流によりメッキ形成したCoFe合金の膜厚方向と平行な断面のTEM写真、

【図15】

図14の一部を拡大したTEM写真、

【図16】

メッキ浴にマロン酸を0.05g/l添加してパルス電流によりメッキ形成したCoFe合金の膜厚方向と平行な断面のTEM写真、

【図17】

図16の一部を拡大したTEM写真、

【図18】

メッキ浴にマロン酸を0.05g/l添加して直流電流によりメッキ形成したCoFe合金の膜厚方向と平行な断面のTEM写真、

【図19】

図18の一部を拡大したTEM写真、

【図20】

メッキ浴にマロン酸及びサッカリンナトリウムを添加せずにパルス電流によりメ

ツキ形成したC o F e 合金の膜表面の S E M写真、

【図21】

メッキ浴にマロン酸を0. 03 g／l 添加してパルス電流によりメッキ形成したC o F e 合金の膜表面の S E M写真、

【図22】

メッキ浴にマロン酸を0. 05 g／l 添加してパルス電流によりメッキ形成したC o F e 合金の膜表面の S E M写真、

【図23】

薄膜磁気ヘッドの磁極部の下部磁極層及び上部磁極層を本発明のC o F e 合金で形成した前記磁極部の膜厚方向と平行な方向の断面の S I M写真、

【図24】

メッキ浴中に添加するマロン酸の添加量と、メッキ形成されたC o F e 合金の飽和磁束密度B s、保磁力H c 及び異方性磁界H kとの関係を示すグラフ、

【図25】

メッキ浴中に添加するマロン酸の添加量と、メッキ形成されたC o F e 合金の比抵抗、表面粗さ及び膜応力との関係を示すグラフ、

【符号の説明】

1 1 スライダ

1 0 磁気抵抗効果素子

1 6 下部コア層（上部シールド層）

1 8 磁極部

1 9 下部磁極層

2 0 ギャップ層

2 1 上部磁極層

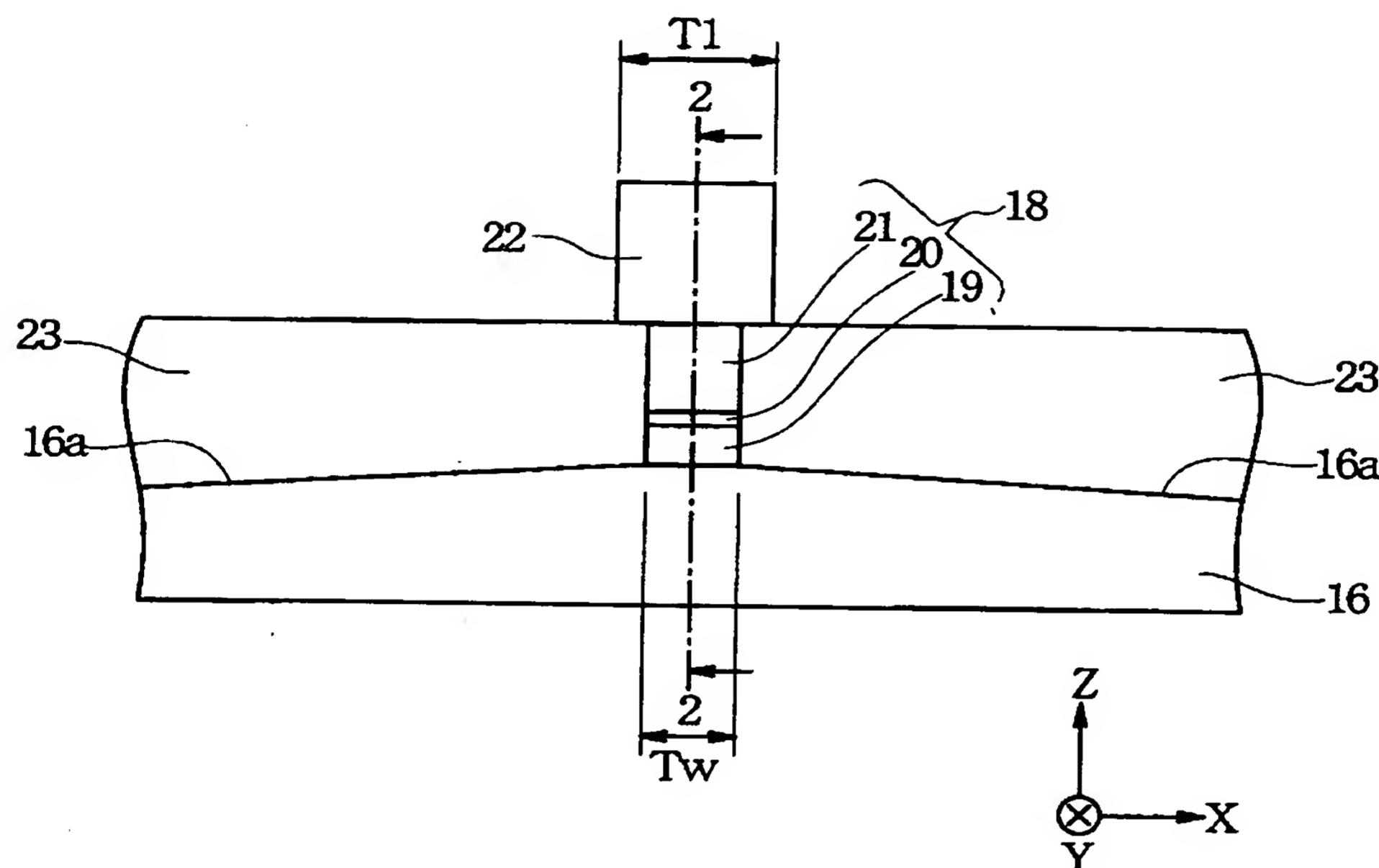
2 2、4 6 上部コア層

4 1 磁気ギャップ層

【書類名】 図面

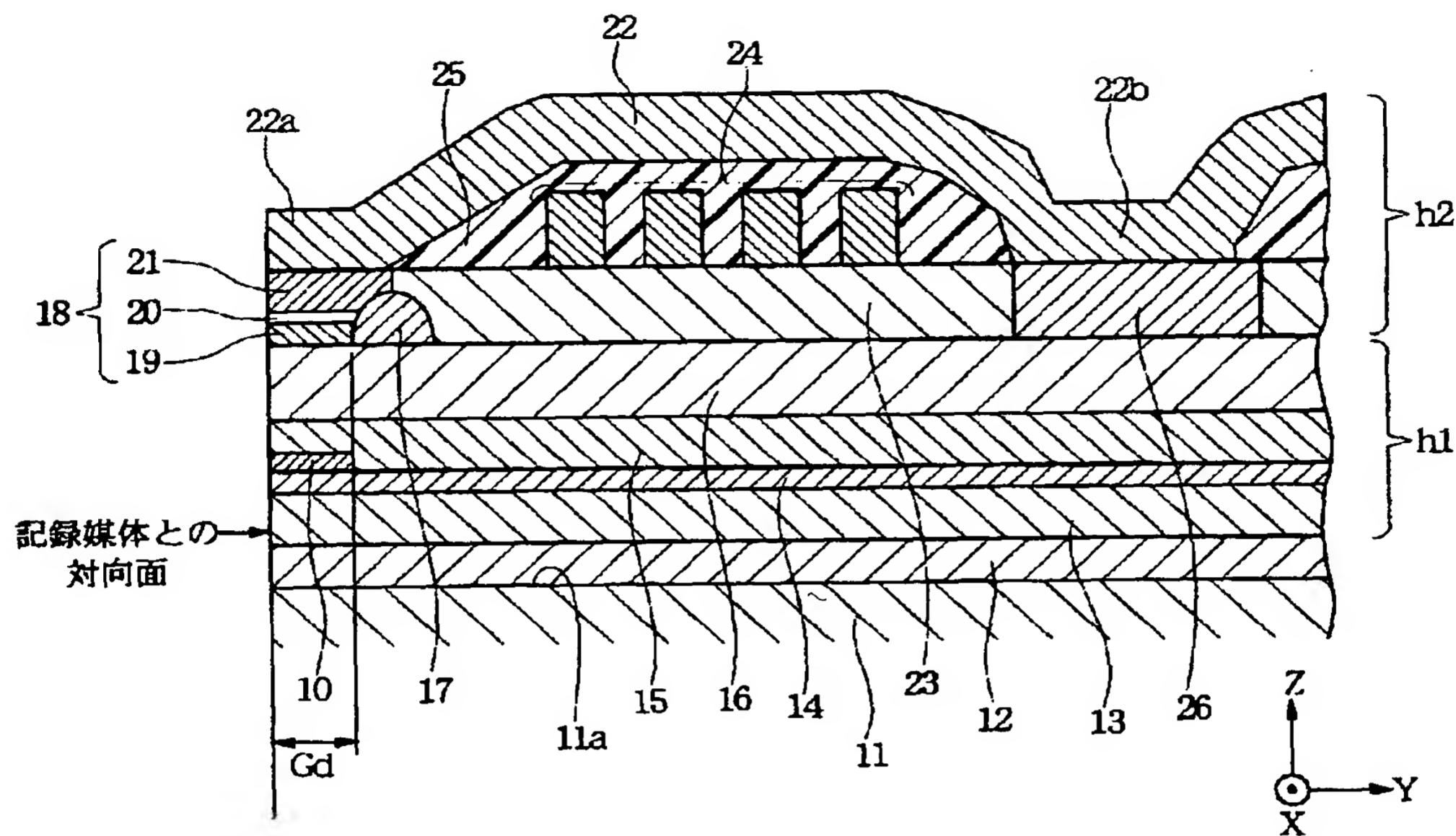
【図1】

図1

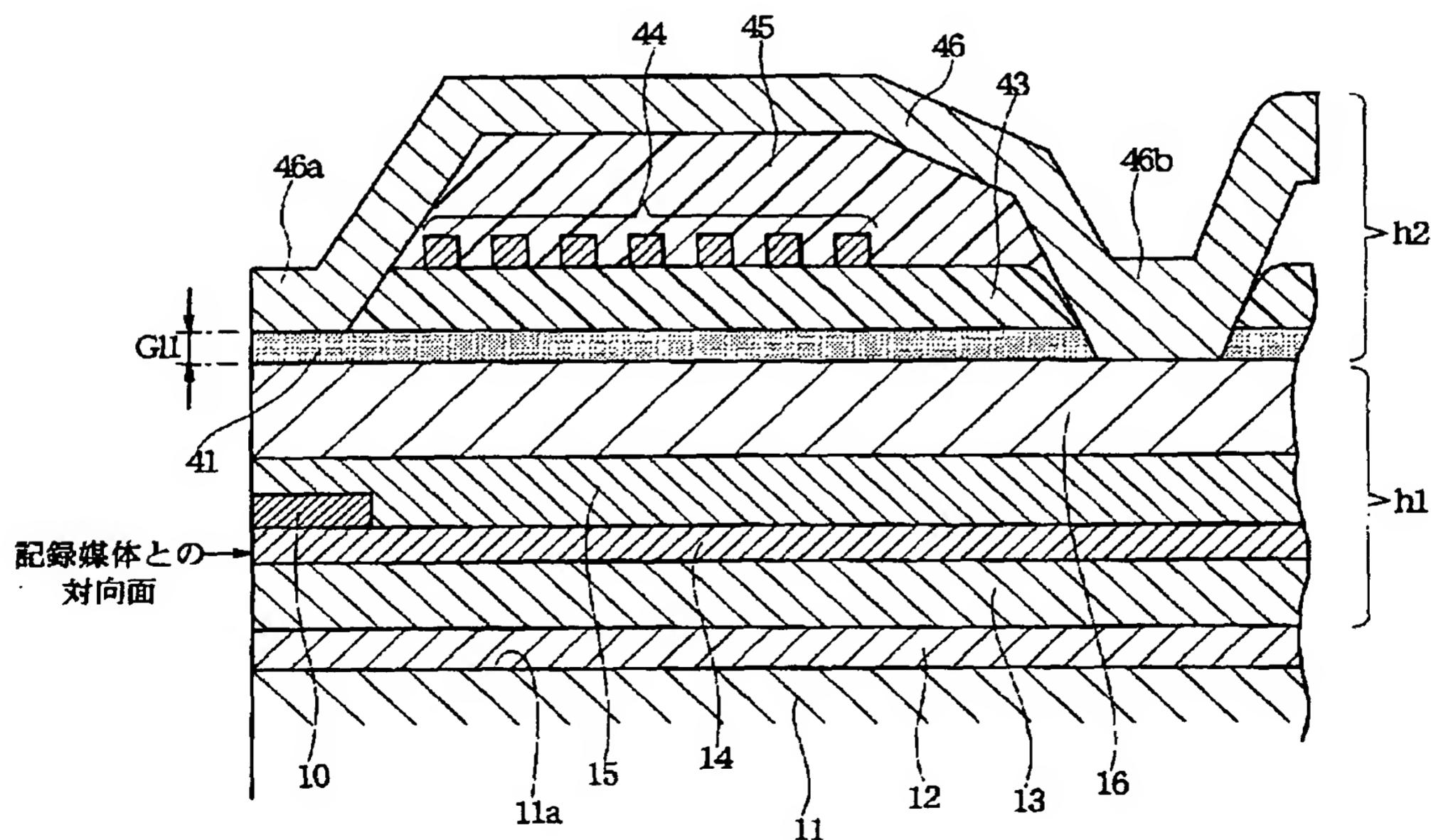


【図2】

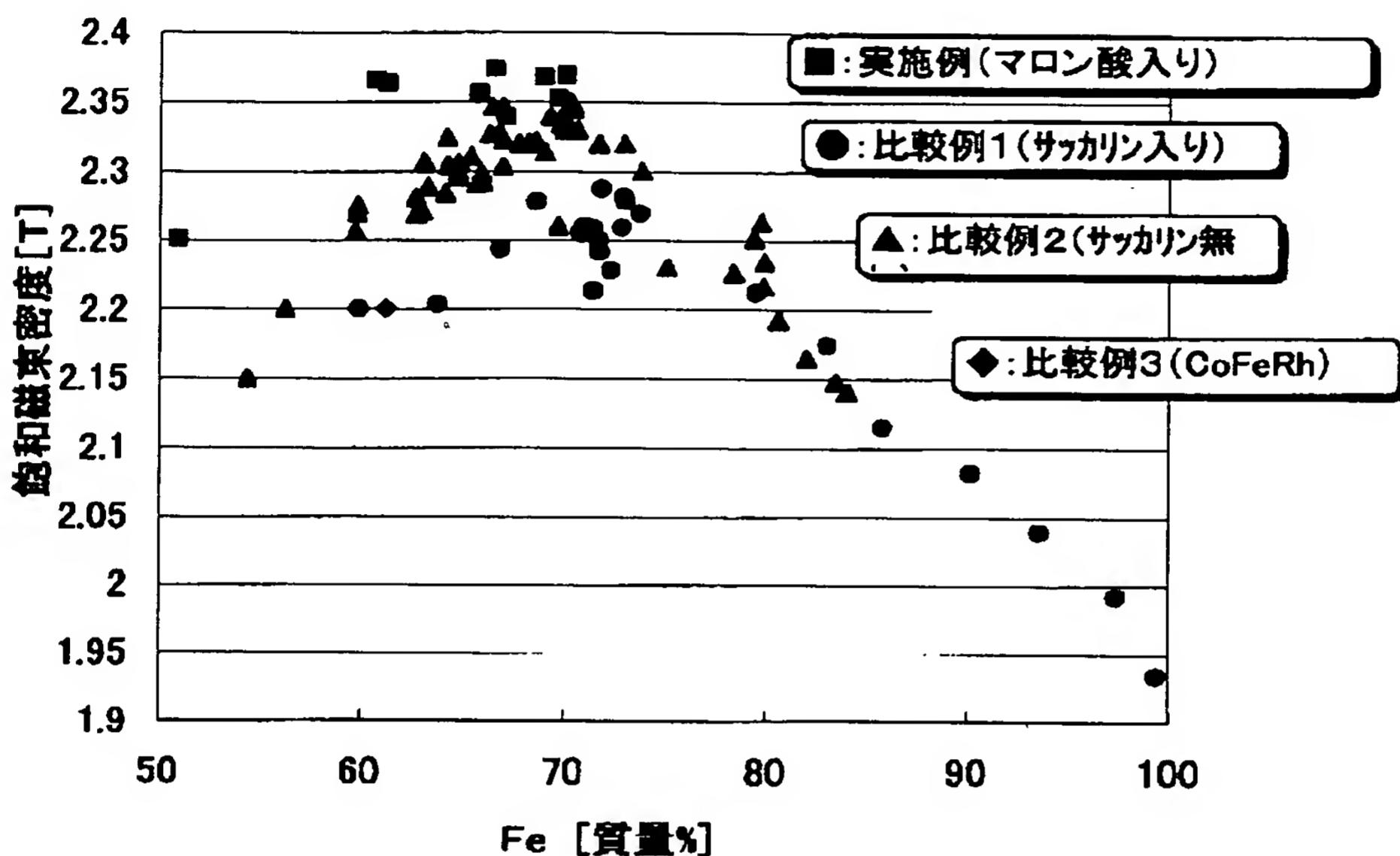
図2



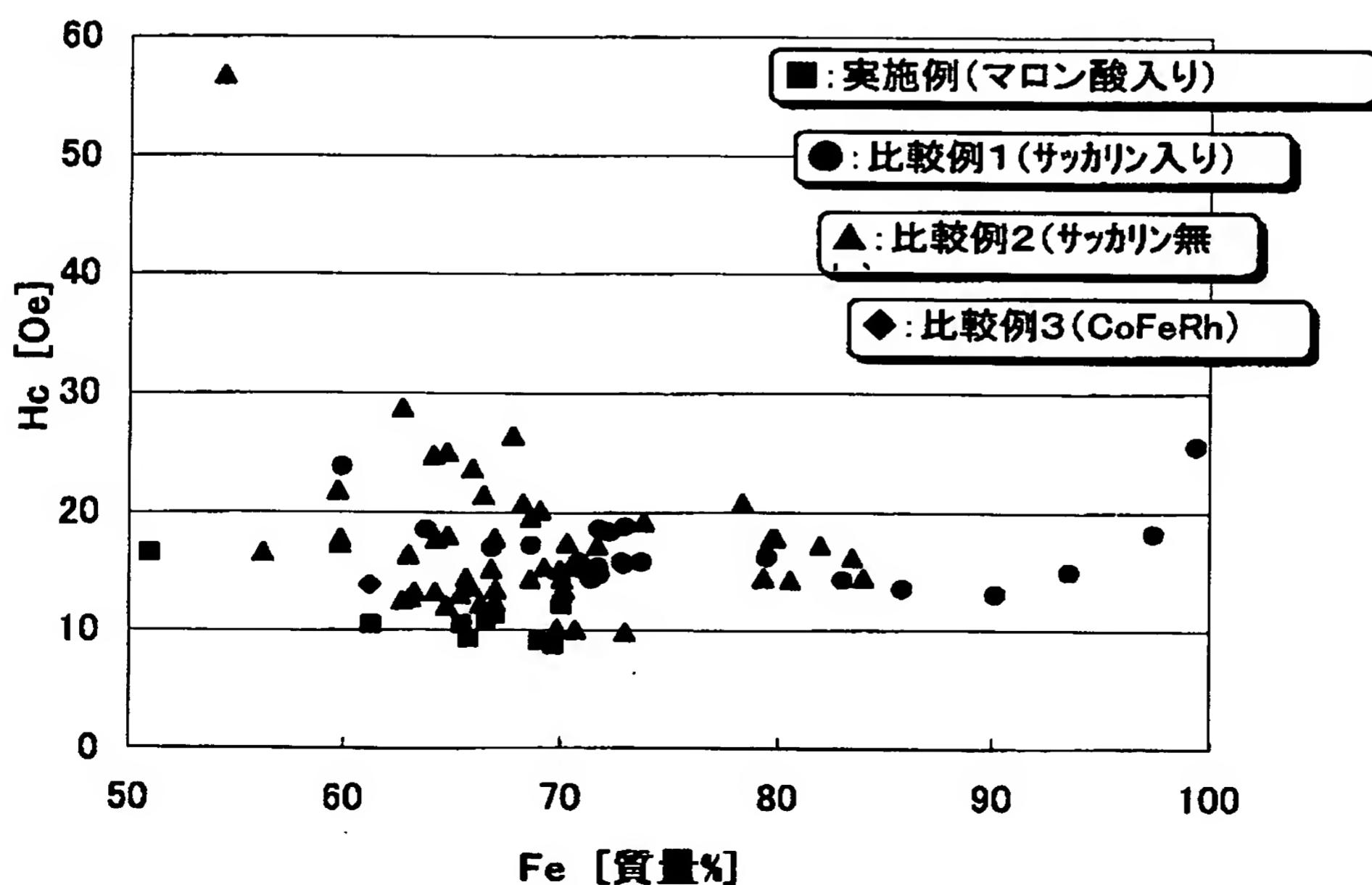
【図3】



【図4】

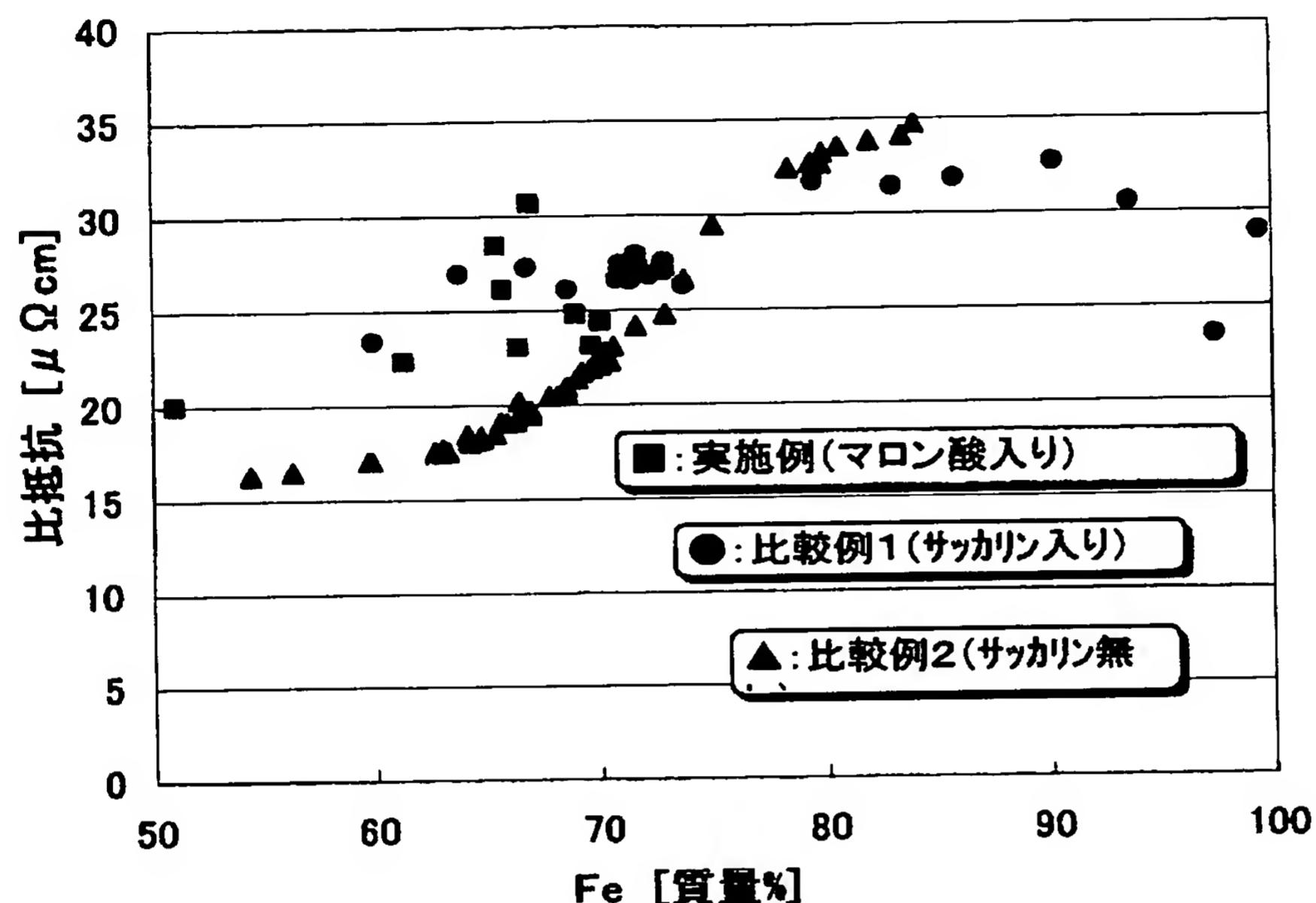
【図4】
飽和磁束密度Bs

【図5】

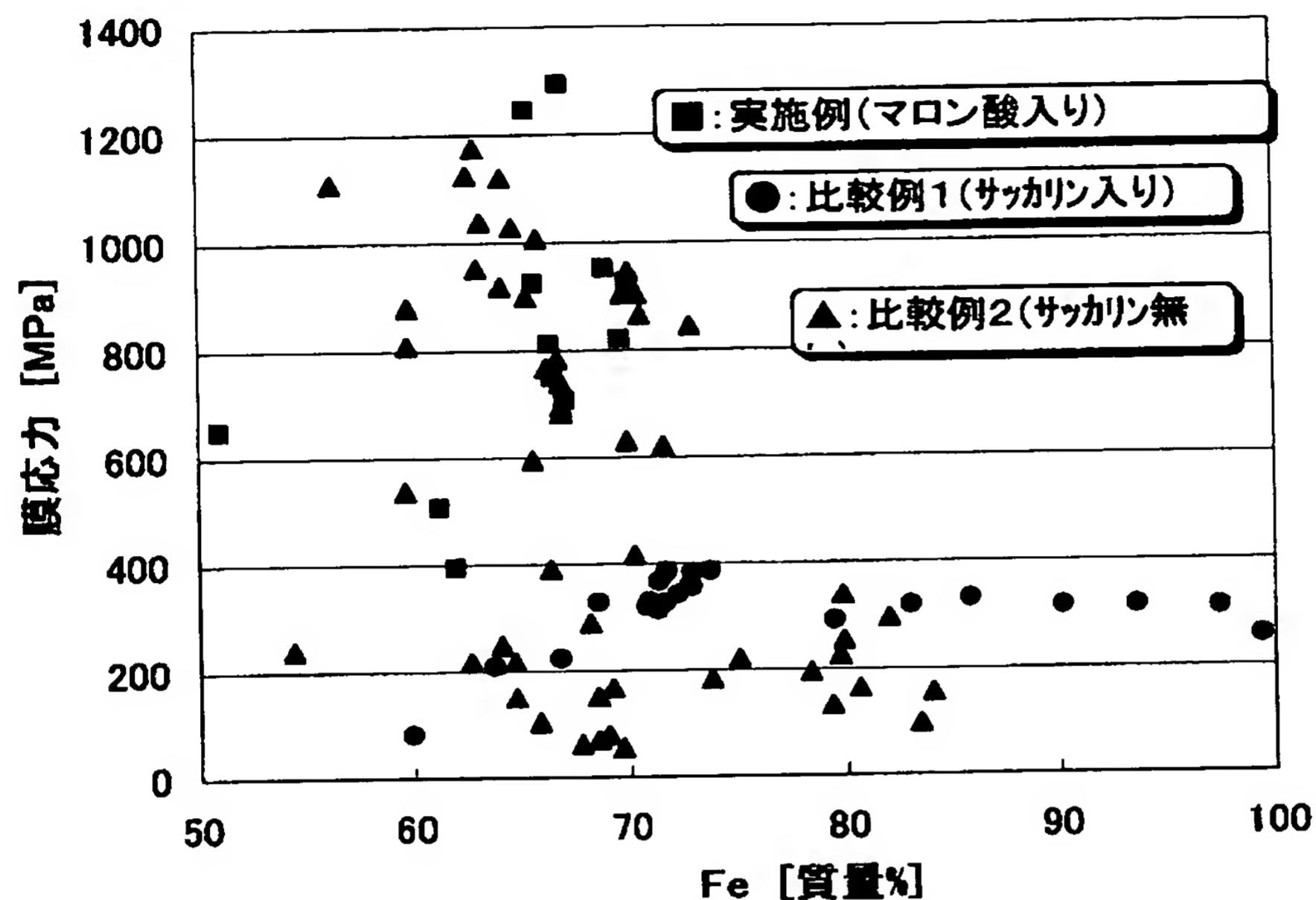
【図5】
保磁力

【図6】

【図6】
比抵抗

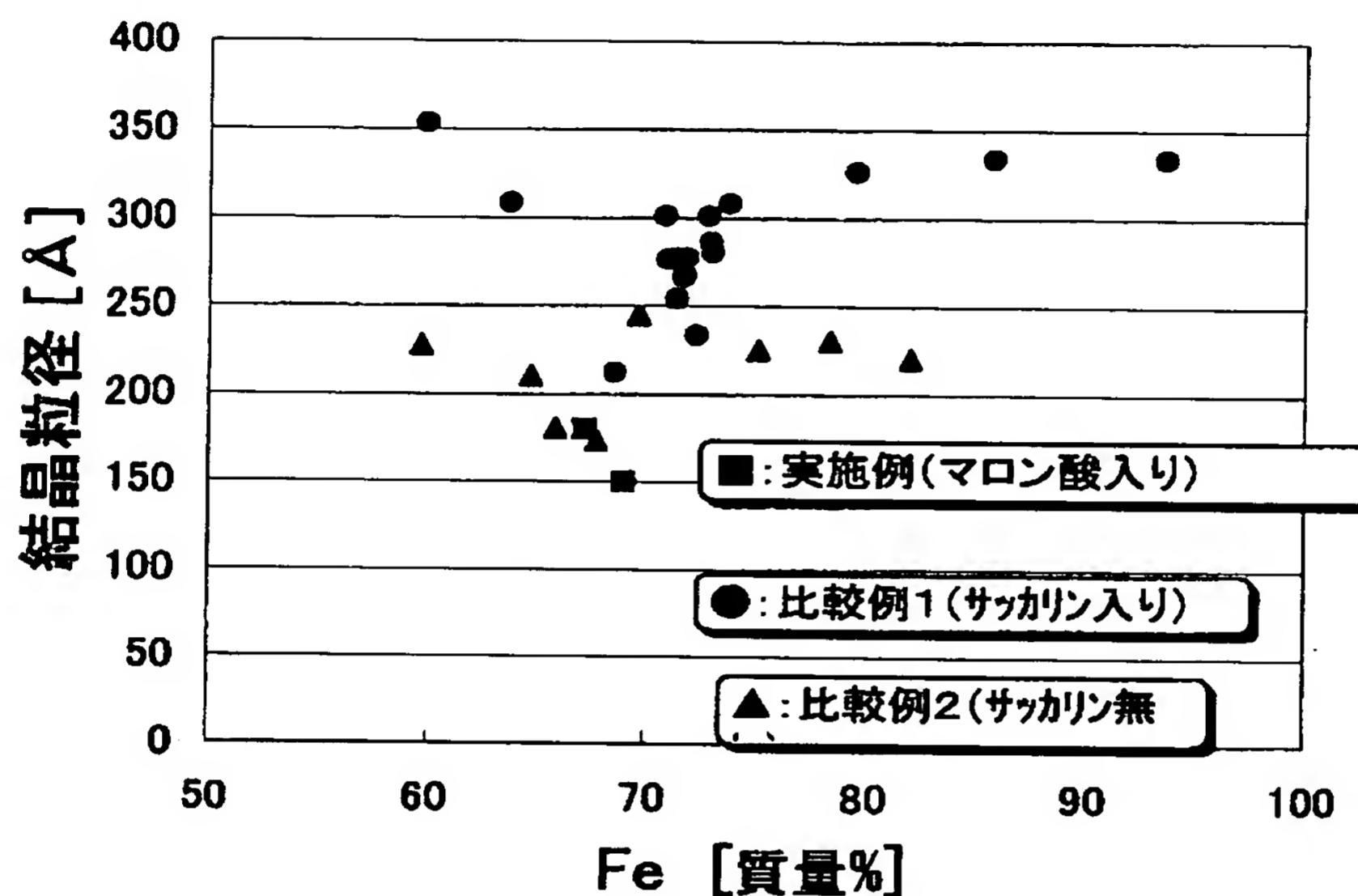


【図7】

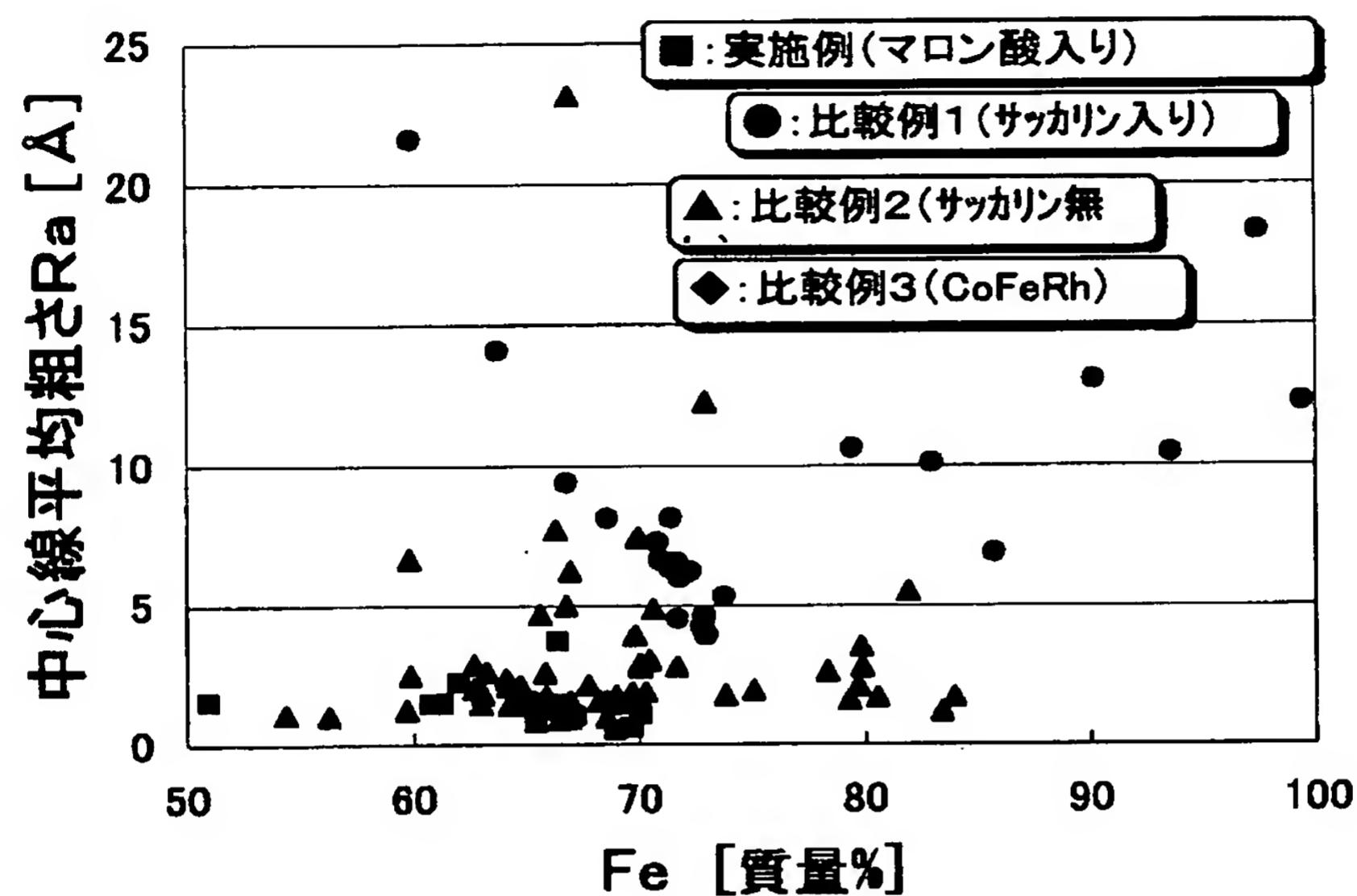
【図7】
膜応力

【図8】

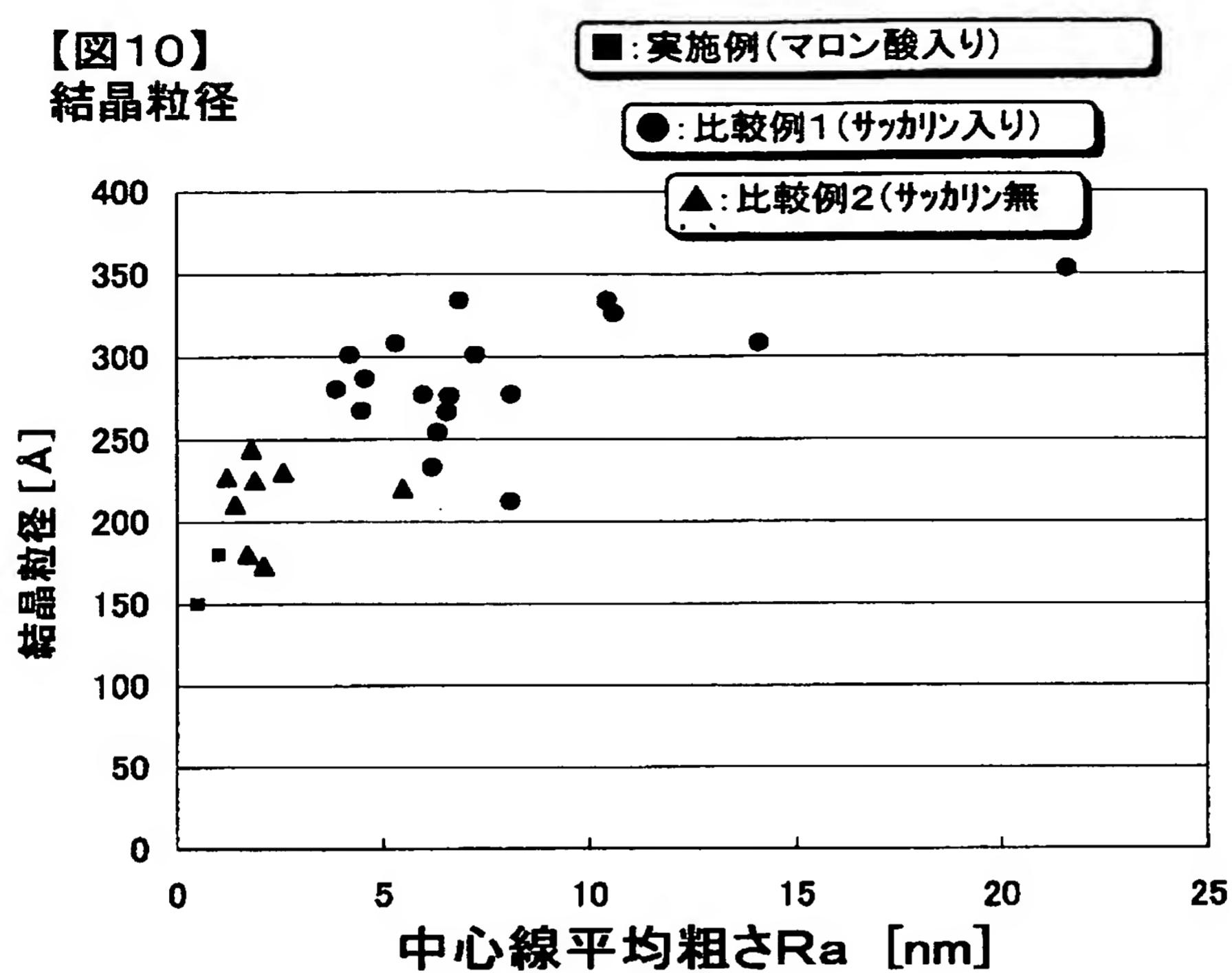
【図8】
結晶粒径



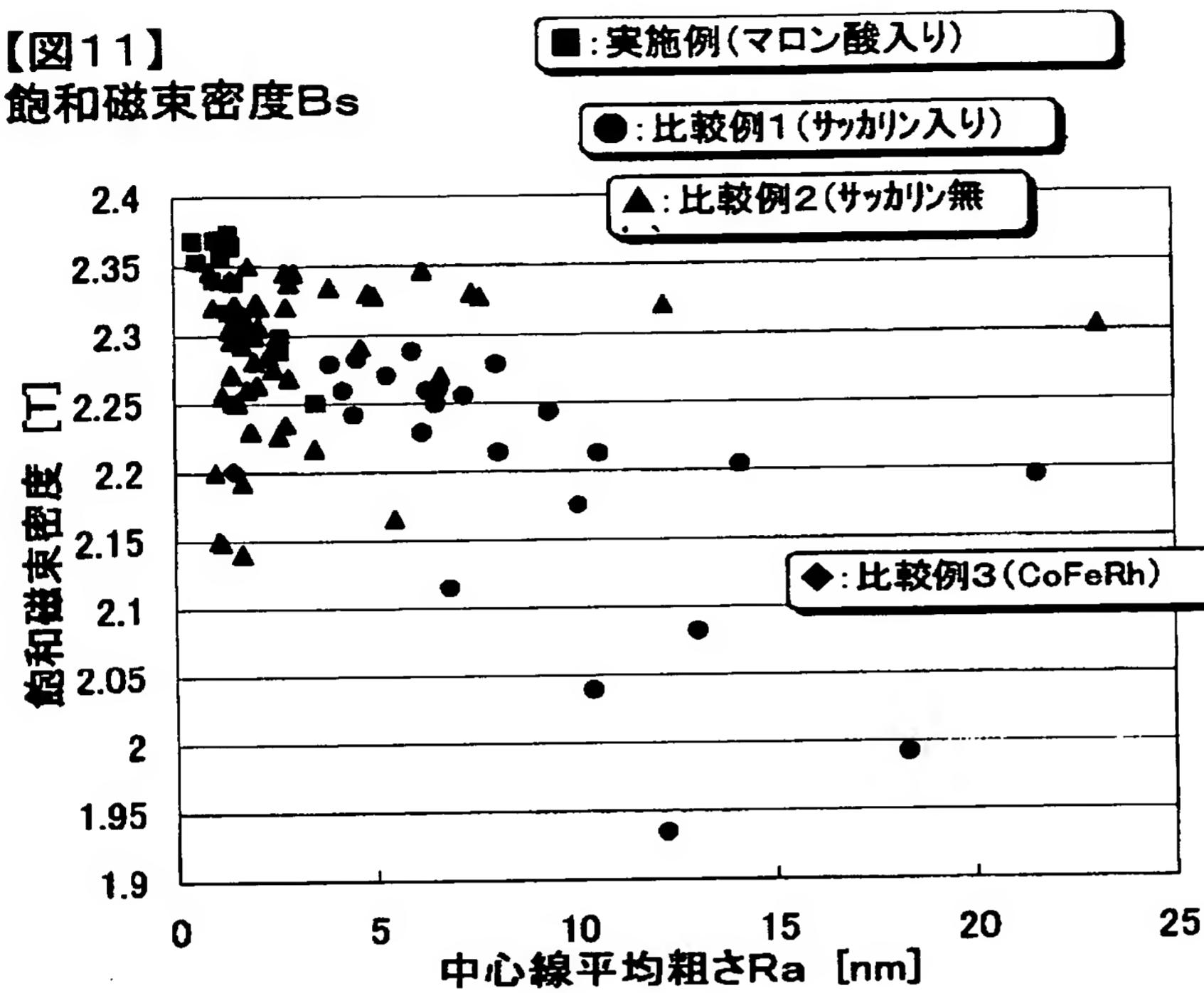
【図9】

【図9】
中心線平均粗さRa

【図10】

【図10】
結晶粒径

【図11】



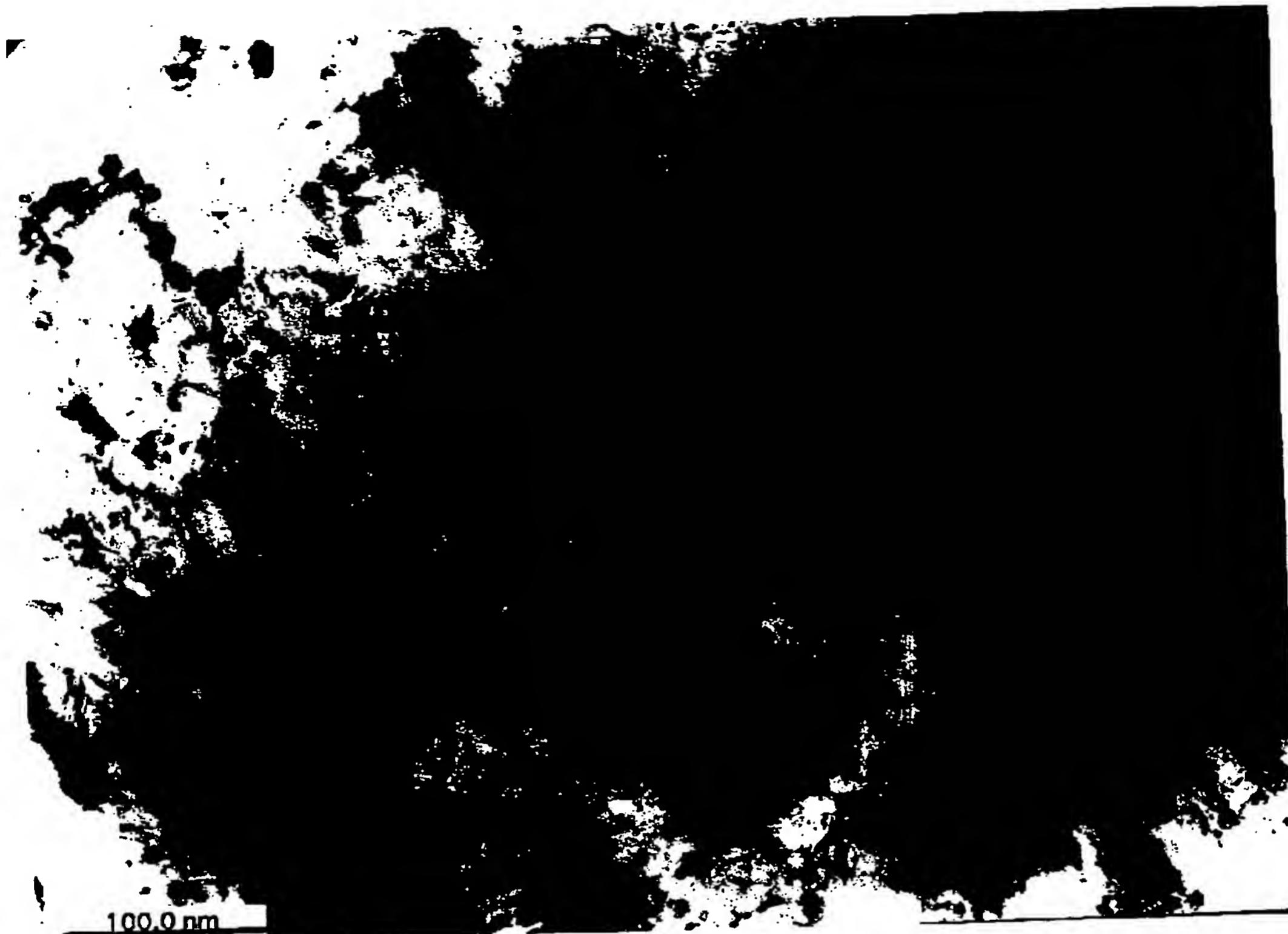
特2002-266305

【図12】



特2002-266305

【図13】



特2002-266305

【図14】



特2002-266305

【図15】



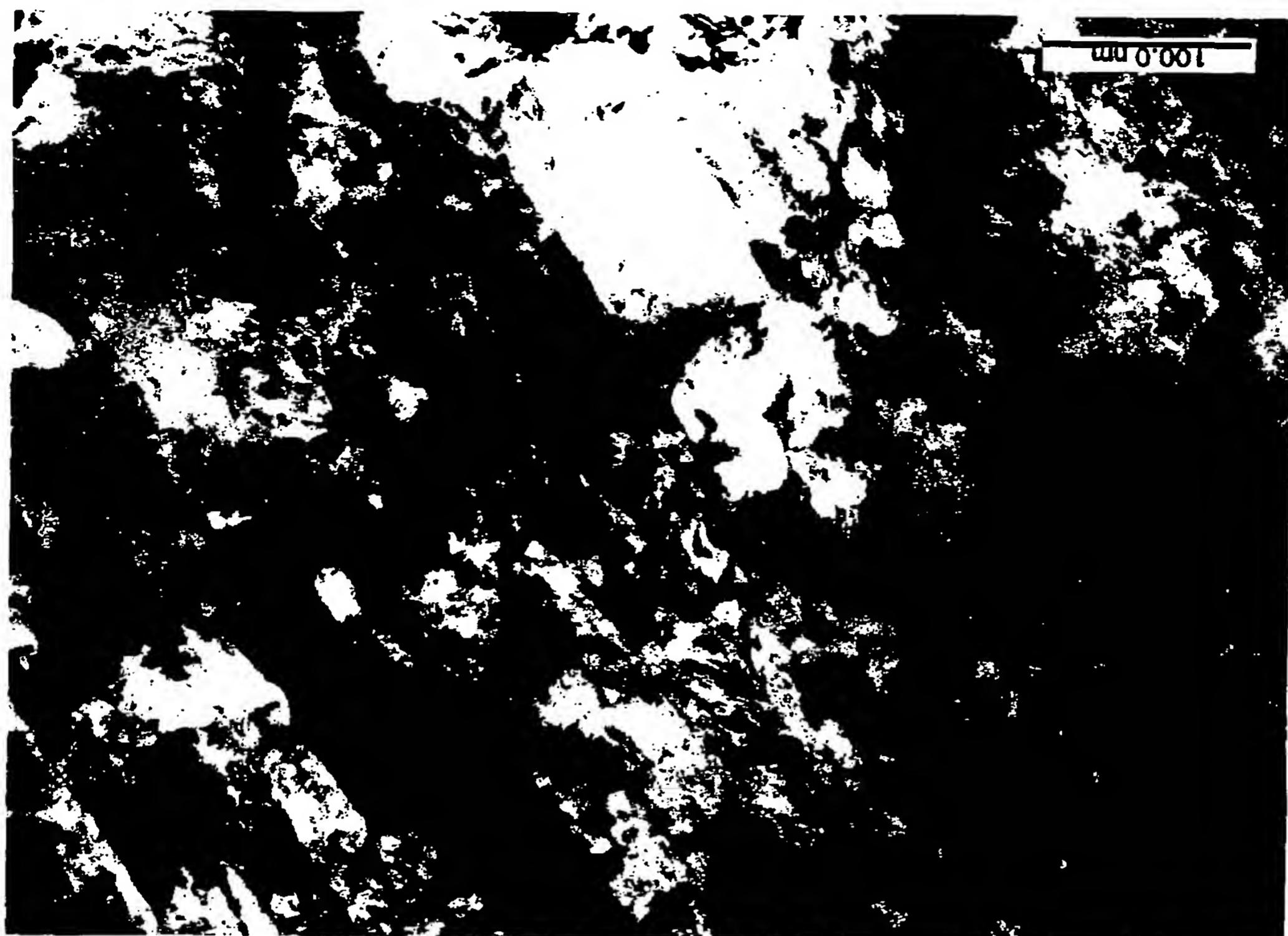
特2002-266305

【図16】



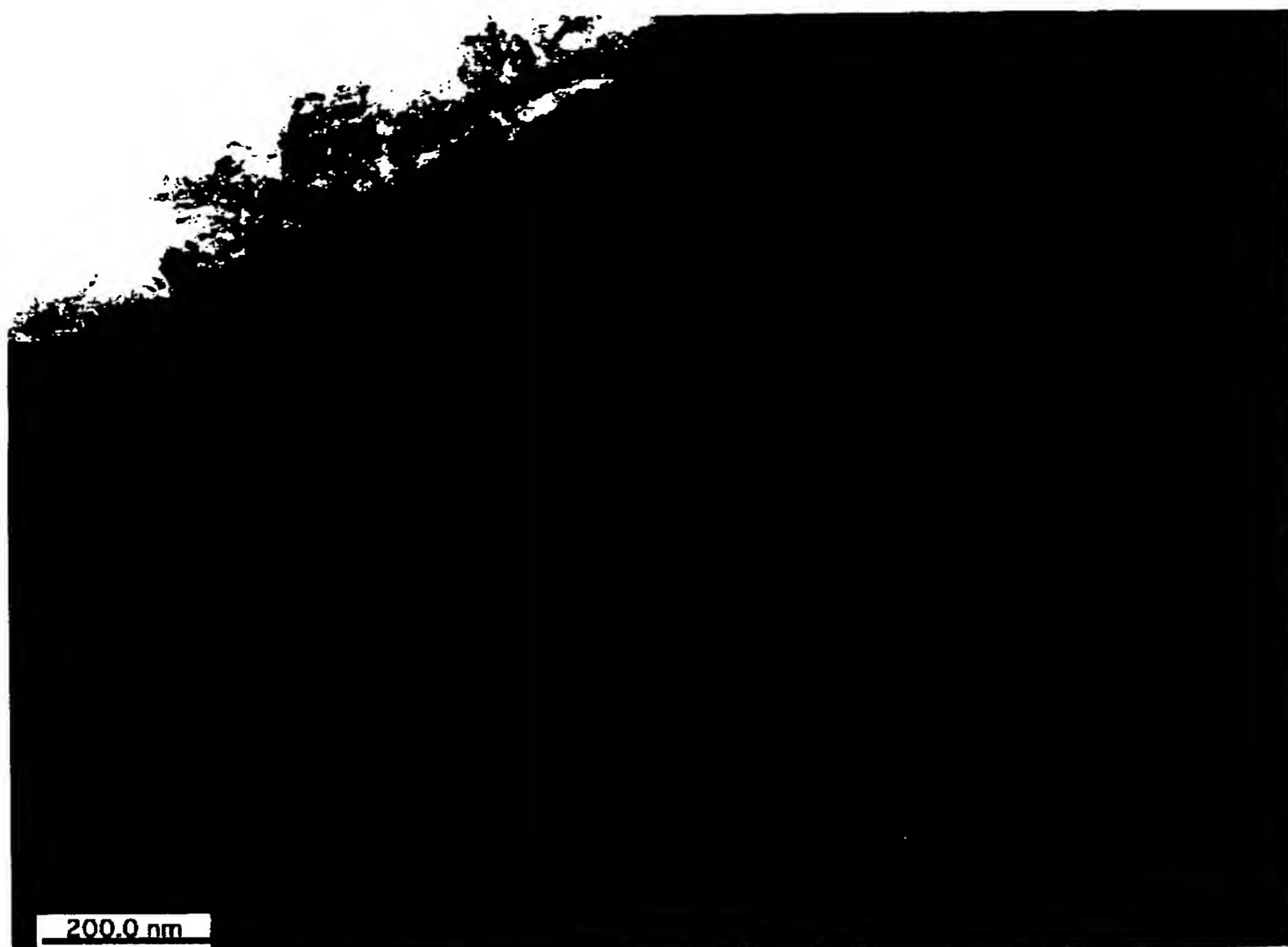
特2002-266305

【図17】



特2002-266305

【図18】

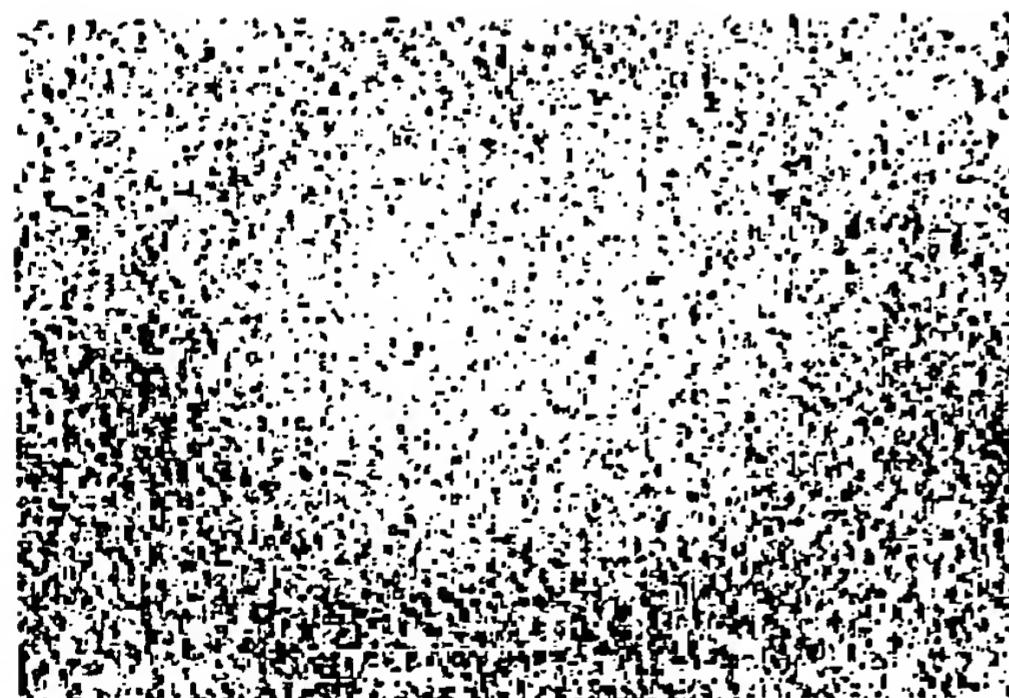


特2002-266305

【図19】

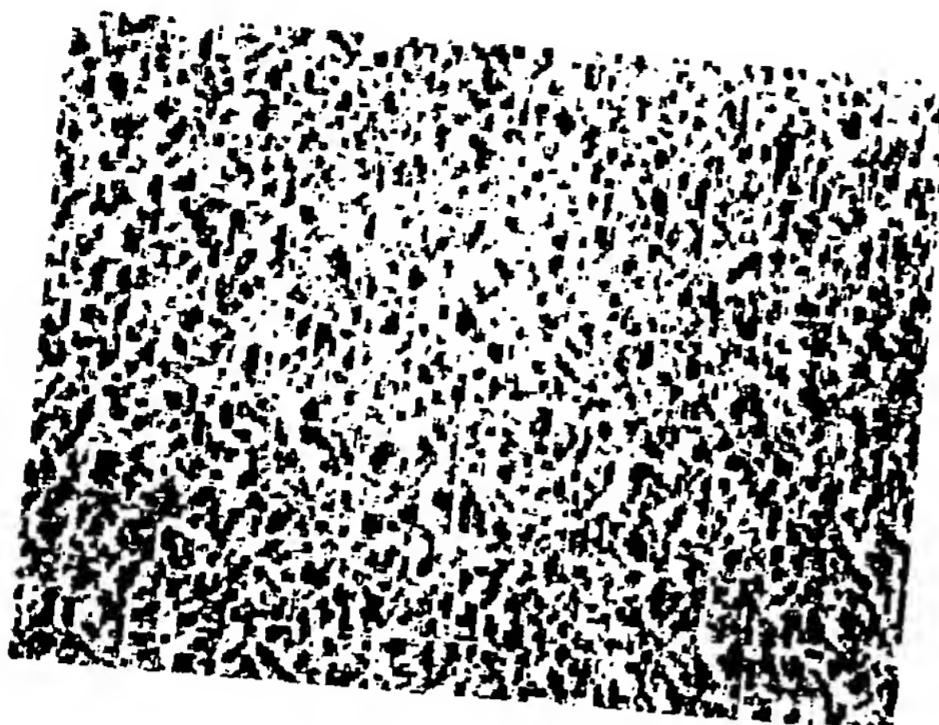


【図20】

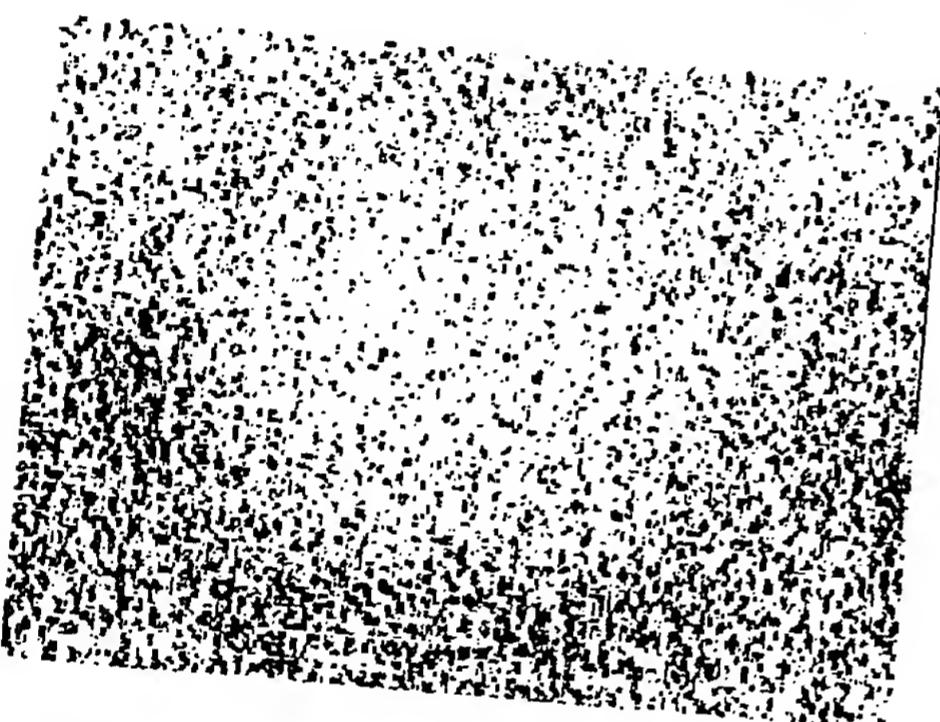


特2002-266305

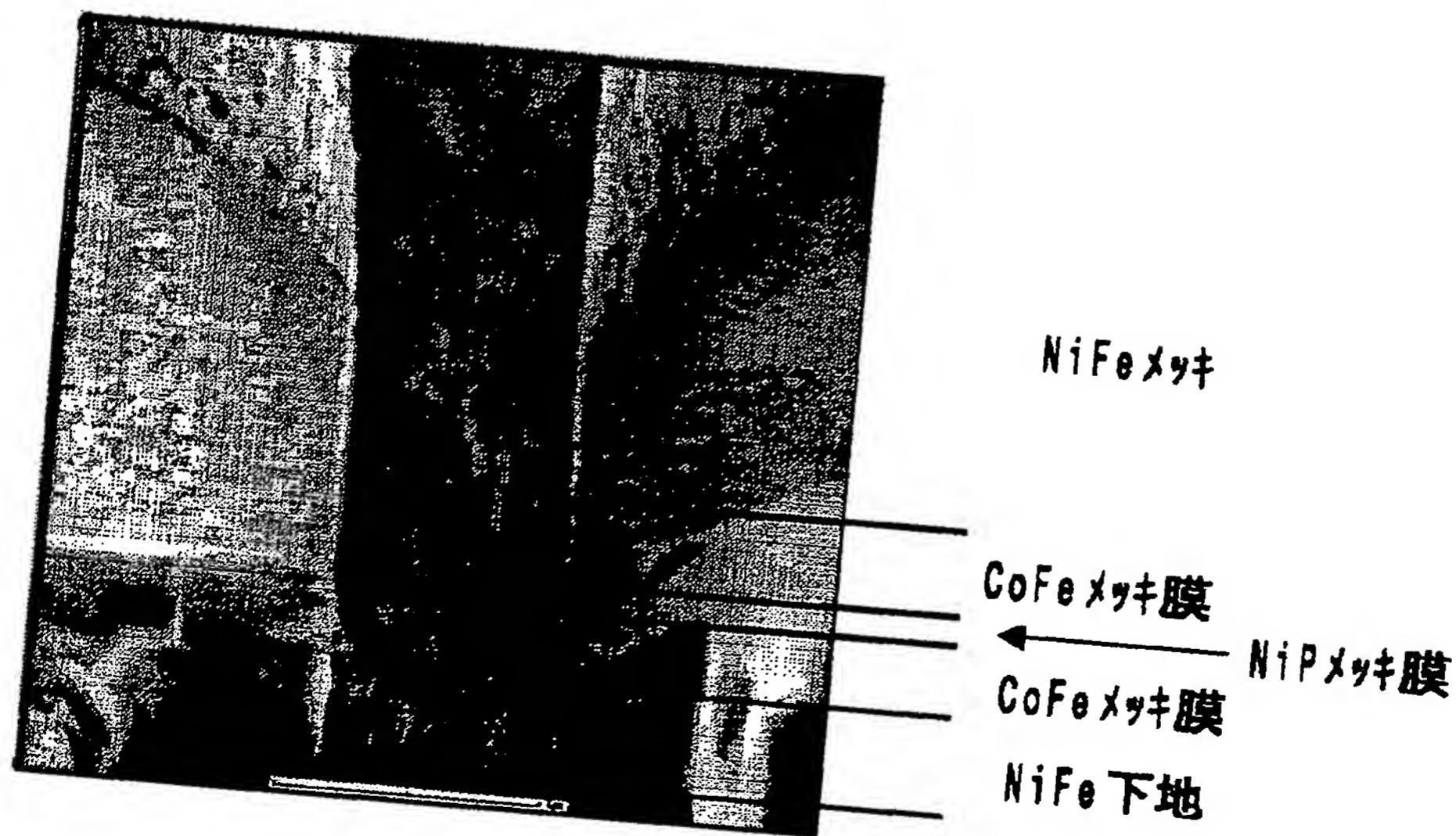
【図21】



【図22】

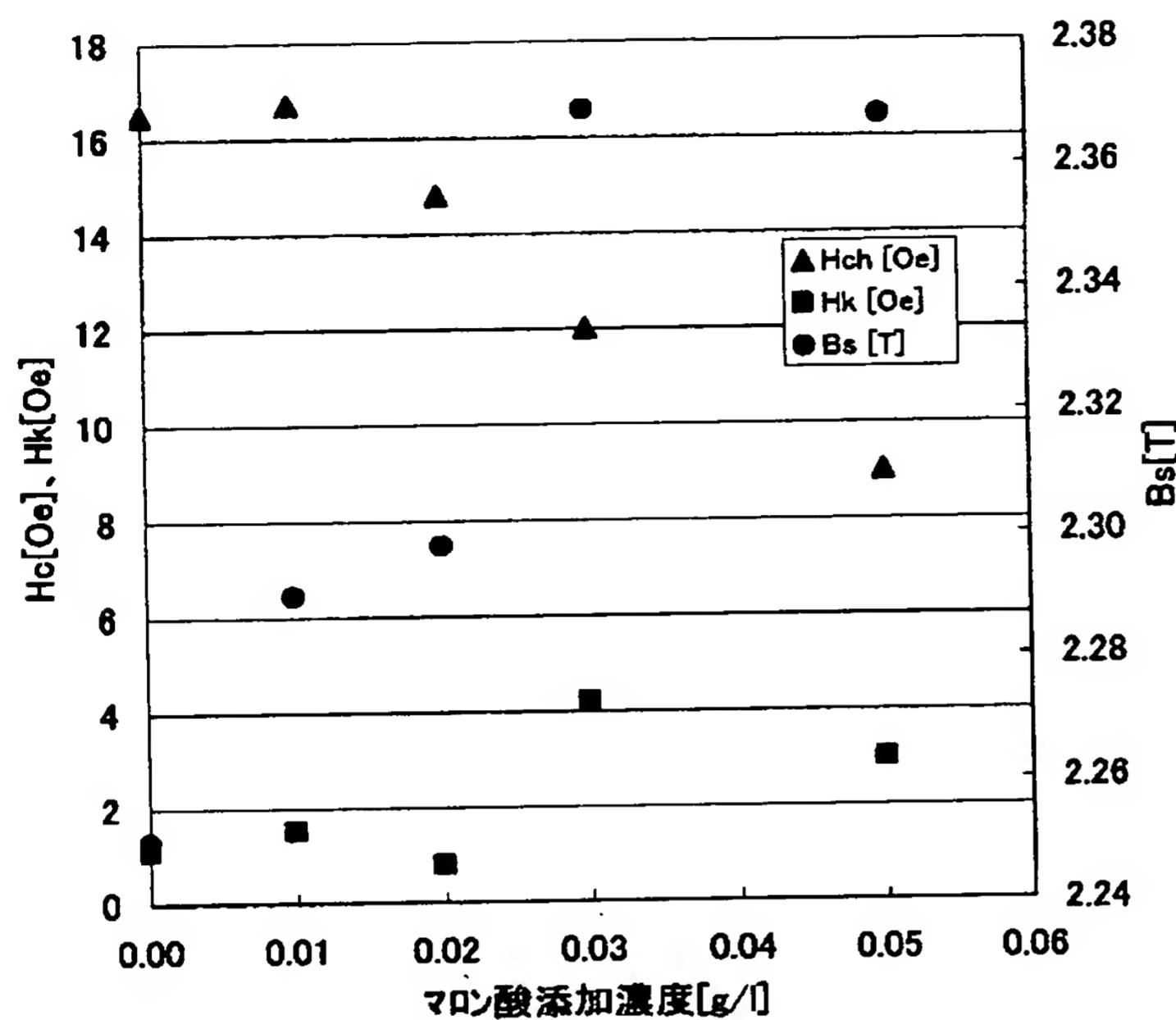


【図23】



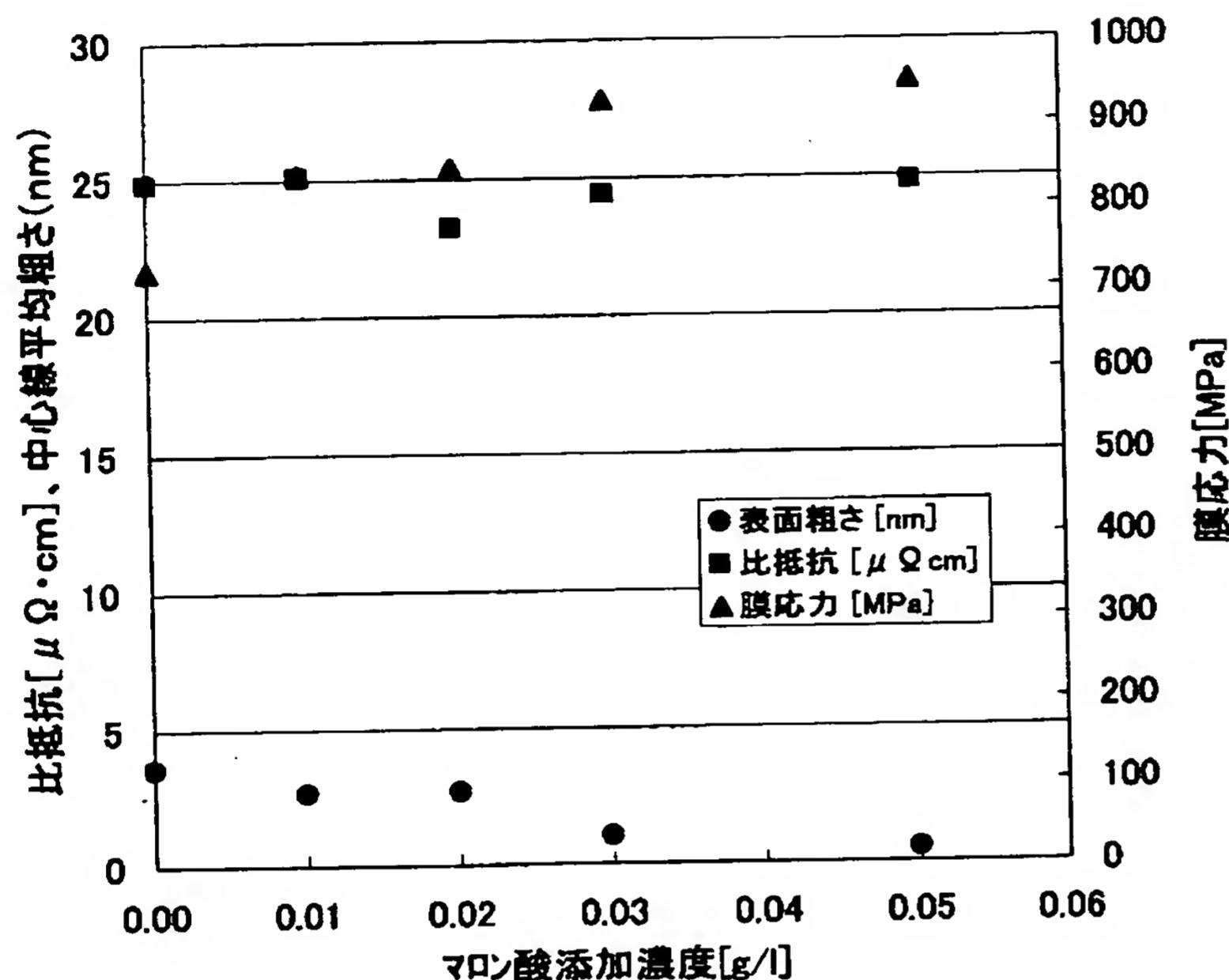
【図24】

【図24】



【図25】

【図25】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 C o と F e から成る軟磁性膜に S (硫黄) 等の不純物を含まず、微結晶化して飽和磁束密度と耐食性の双方を共に向上させることが可能な軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法を提供することを目的としている。

【解決手段】 本発明の軟磁性膜はC o と F e からなるメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶が形成されている。本発明では、膜厚方向に延びる柱状晶を形成して膜表面での面粗れを改善し耐食性の向上を図ることを可能とし、また結晶の微細化や貴金属元素の添加を無すことで飽和磁束密度 B_s も向上させることができ。すなわち本発明のC o F e 合金によれば耐食性と飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることができ、前記飽和磁束密度 B_s を具体的には2. 3 5 T 以上にできる。

出願人履歴情報

識別番号 [000010098]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都大田区雪谷大塚町1番7号

氏 名 アルプス電気株式会社